

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace

Présentée et soutenue par : Samuel PIN

le mardi 7 juillet 2015

Titre:

Etude des mécanismes de fatigue thermomécanique d'assemblages collés à base de composants électroniques pour applications spatiales

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED MEGeP: Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de recherche:

Institut Clément Ader

Directeur(s) de Thèse:

M. Marc SARTOR (directeur de thèse)
M. Laurent MICHEL (co-directeur de thèse)

Jury:

M. Frédéric THIEBAUD, Université de Franche-Comté - Président M. Romain CREAC'HCADEC, ENSTA Bretagne - Rapporteur Mme Sophie DAREYS, CNES
M. Frédéric JACQUEMIN, Université de Nantes - Rapporteur M. Laurent MICHEL, ISAE-SUPAERO - Co-directeur de thèse M. Marc SARTOR, INSA Toulouse - Directeur de thèse

REMERCIEMENTS

Loin d'être une aventure solitaire, une thèse n'est possible que grâce à l'aide et le soutien d'un groupe de personnes passionnées et bienveillantes dont j'ai eu la chance d'être entouré ces dernières années. Je ne peux présenter ce mémoire sans les remercier sincèrement pour tout ce qu'elles m'ont apporté. La liste ne sera peut-être pas exhaustive et je m'en excuse d'avance.

Je remercie tout d'abord très chaleureusement mon directeur de thèse Marc Sartor ; merci pour tous vos conseils avisés et surtout votre temps précieux. Nos nombreuses discussions m'ont maintenu dans la bonne direction, elles m'ont permis d'avancer sereinement. Vous m'avez fait confiance tout en prêtant attention aux difficultés que je pouvais rencontrer. Vous êtes resté à l'écoute et ouvert, encore merci.

Je remercie aussi sincèrement mon co-directeur de thèse Laurent Michel; pour ton aide et tes conseils à chaque fois que j'en avais besoin. Tu as su me faire profiter de ton expérience, de ta précision et de ta rigueur. J'espère atteindre un jour ce niveau dans ma vie professionnelle.

Je suis particulièrement reconnaissant envers mon responsable industriel Bertrand Brévart qui m'a fait confiance dans les différentes approches de ces travaux. Tu t'es montré patient et intéressé. Tu as su me garder motivé à chacune de mes visites à TAS, à chacune de nos discussions. Merci.

Je remercie également mes responsables industriels Marc Lambert, Jérôme Parain, Sophie Dareys pour leur aide et l'environnement de travail optimal dans lequel j'ai pu évoluer tout au long de cette thèse. Je mesure l'ampleur des moyens développés pour ce projet et je vous remercie de m'en avoir fait profiter.

Je tiens bien-sûr à remercier l'ensemble des membres du jury pour s'être intéressé à mon travail. Merci à Frédéric Jacquemin et Romain Créac'hcadec pour avoir accepté de rapporter ce manuscrit, ainsi gu'à Frédéric Thiébaud pour m'avoir fait l'honneur de présider l'évaluation de mes travaux.

Un grand merci à Yann Michel, mon responsable de stage de fin d'étude au service TV/MS du CNES. Tu as su éveiller ma curiosité pour la recherche, les essais, le calcul, et tu m'as encouragé à faire cette thèse. Je te suis reconnaissant d'avoir cru en mes capacités et de m'avoir poussé à vivre cette expérience.

Je voudrais aussi remercier le service DMSM de l'ISAE pour l'accueil et l'environnement d'échange et d'entraide dont j'ai bénéficié. Environnement étendu à l'ensemble de l'Institut Clément Ader suite au déménagement qui m'a permis de faire des rencontres toujours plus enrichissantes.

Merci à toute l'équipe de recherche et en particulier à Robert Piquet et Frédéric Lachaud pour votre aide et la passion que vous communiquez aux autres sans le moindre effort et toujours dans la bonne humeur. Merci aussi à l'équipe technique et notamment à Marc Chartrou pour m'avoir permis de réaliser mes essais dans les meilleures conditions possibles. Merci à Daniel Boitel et Pierre Erizé pour leur aide précieuse à mes débuts. Enfin merci à toute l'équipe de l'atelier et en particulier Daniel Gagneux d'un dynamisme contagieux.

Je tiens aussi à remercier Claude Palaysi et Vincent Lenain disponibles et réactifs en cas de souci informatique. Un grand merci aussi à Marie-Odile Monsu pour ton sourire et ton aide acharnée en cas de problème administratif.

Je n'oublie pas les stagiaires qui ont participé à ce travail de recherche : Romain Estrampes, Robin Guigand, Dawid Kepka. Merci à vous.

Je remercie bien-sûr tous mes collaborateurs de Thales Alenia Space et en particulier Jean-Jacques Fritsch, Michel Picard, Sandrine Dupouy, Sylvain Aygat et Frédéric Martinez qui m'ont aidé un nombre incalculable de fois dans mes expérimentations à TAS. Merci à Magali Mathieu, Thierry Lendormy et Elvire Lelièvre du Labo PC pour avoir mis leurs moyens et leur temps à ma disposition.

Je remercie aussi le service de Calcul de TAS pour leur accueil chaleureux alors que je ne faisais que de brèves apparitions à chaque fois et en particulier Agathe Astruc ma collègue de bureau. Merci à Philippe Augé et Brigitte Rouleau pour s'être occupé de mon arrivée à TAS et notamment de mon statut ThX, premier du genre.

Un grand merci à tous les thésards et amis qui m'ont accompagné tout au long de cette thèse, en particulier Grégory Aldebert, collègue de bureau de qualité, « plaît-il », mais aussi Sylvain Dubreuil, Cheng Chen, Jean-Philippe Crêté, Thomas Poumadère, Eric Vermesse, les grands joueurs de coinche, et enfin Kamel Moussaoui, Ludovic Barrière, Nathalie Wojtowicz, Soraya Catché, Irène Maillet, Nicolas Roussouly, Florent Blanchet, Ahmed Zouaghi et Marion Gonzales. Merci à tous pour ces moments de détente qui vont me manquer.

Je voudrais maintenant remercier les « GrosTas », pour leur soutien depuis le tout début de ce doctorat. Vous avez su me faire décompresser quand j'en avais besoin et vous m'avez permis de me sentir entouré et confiant en permanence. Les amis, je vous en dois une.

Enfin, je ne saurais trouver les mots pour exprimer toute ma gratitude à mes parents, mes sœurs et mon frère. Je vous dois beaucoup. C'est grâce à vous que je suis allé aussi loin. Vous n'avez jamais cessé de m'encourager tout au long de mes études et de cette thèse pour laquelle vous vous êtes souvent inquiétés pour peu de chose. A toute la famille, merci.

Mon ultime et plus vif remerciement est pour Aurore ; en première ligne pendant cette thèse. Je te suis reconnaissant pour ton soutien sans faille et tes encouragements. Tu as dû supporter mes humeurs et mes moments de doute, mais grâce à toi et Brian, j'ai eu un chez moi où me ressourcer quotidiennement. Merci pour tout.

TABLE DES MATIERES

REM	ERCIE	EMENTS	I
TABI	LE DES	S MATIERES	III
LIST	E DES	FIGURES	IX
LIST	E DES	TABLEAUX	XVII
INTR	ODUC	CTION	1
CHAI	PITRE	I. CONTEXTE DE L'ETUDE	3
1. L	'électro	onique hybride hyper fréquence à applications spatiales	3
1.1.	La	charge utile de satellite de télécommunication	3
1.2.	Les	technologies de report de composants	4
1	2.1.	Le brasage	4
1	2.2.	Les colles conductrices isotropes (ICA)	4
1.3.	L'es	ssai de qualification thermique des reports	6
1.4.	Les	besoins industriels	7
2. C	as d'étu	ude et problématique	7
2.1.	Col	lage d'un composant d'alumine sur un support Kovar	7
2	2.1.1.	Le composant	7
2	2.1.2.	Le support Kovar	8
2	2.1.3.	L'adhésif	8
2	2.1.4.	Le procédé de collage automatique	9
2.2.	Les	cas de charge	10
2	2.2.1.	Essais de qualification thermique	10
2	2.2.2.	Mission en orbite	10
2.3.	Pro	oblématique et objectifs	11
3. E	tat-de-l	l'art	11
3.1.	Gér	néralités sur les collages	12
3	3.1.1.	Théories de l'adhésion	12
3	3.1.2.	Caractéristiques importantes des adhésifs	13

	3.1.3	. Effets des différents types de sollicitations	14
3.2	2.	Essais de caractérisation	16
	3.2.1	. Essais sur éprouvettes d'adhésif	17
	3.2.2	. Essais sur assemblages collés	20
3.3	3.	La mécanique linéaire de la rupture	24
	3.3.1	. Approche en contraintes	24
	3.3.2	. Approche énergétique	25
	3.3.3	. Essais usuels	26
3.4	4.	Le dimensionnement en fatigue	27
	3.4.1	. Domaines de fatigue	27
	3.4.2	Outils de prédiction	28
	3.4.3	. Approches spécifiques à la fatigue des composants collés	30
	3.4.4	Propagation de fissure	31
4.	Bilan		31
			33
CHA	APIT	RE II. CARACTERISATION DU MATERIAU ADHESIF	
		ductionduction	
1.	Intro	duction	33
1. 2.	Intro Essai	ductions de caractérisation viscoélastique	33
1. 2.	Intro Essai 1.	ductions de caractérisation viscoélastique	
1. 2. 2.	Intro Essai 1. 2.1.1	ductions de caractérisation viscoélastique	
1. 2. 2.	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2	ductions de caractérisation viscoélastique	
1. 2. 2.2	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2	ductions de caractérisation viscoélastique	
1. 2. 2.2	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1	ductions de caractérisation viscoélastique	
2.2 2.2 2.2	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1	ductions de caractérisation viscoélastique	
2.2 2.2	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3	ductions de caractérisation viscoélastique	
2.2 2.2 2.3	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3 3.	duction	
2.3 2.3 2.3	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3 3. 2.3.1	duction	
2.3 2.3 2.3	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3 3. 2.3.1 2.3.2	duction	
2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3 3. 2.3.1 2.3.2 2.3.3	duction	
2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3 3. 2.3.1 2.3.2 2.3.3	duction	
2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3 3. 2.3.1 2.3.2 2.3.3 Reca	duction	
2.2.2.2.2.3.3.	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.2 2.2.3 3. 2.3.1 2.3.2 2.3.3 Reca 1.	duction	
2.3 2.3 2.3 3.	Intro Essai 1. 2.1.1 2.1.2 2. 2.2.1 2.2.3 3. 2.3.1 2.3.2 2.3.3 Reca 1. 2.	duction s de caractérisation viscoélastique Réalisation des éprouvettes de colle Moulage de plaques fines Découpe des allumettes de colle Essais de fluage et recouvrance Moyen d'analyse mécanique dynamique (DMA) Protocole Résultats Comportement pseudo plastique et essais d'investigation Modélisation de la déformation résiduelle Origine de la déformation résiduelle Présence de phénomènes d'écrouissage cyclique transitoires lage du modèle matériau viscoplastique Présentation du modèle Two-Layers	

	3.3.2.	Adaptation de la méthode de recalage	53
	3.3.3.	Comparaison avec les essais cyclés	56
4.	Bilan		57
CF	IAPITR	E III. CARACTERISATION DE LA TENUE AUX INTERFACES	59
1.	Introdu	uction	59
2.	Mise a	u point des essais	59
3.		tion des essais	
		Natrice d'essais	
		rotocole d'essai DCB	
	3.3. P	rotocole d'essai ENF	62
4.	Résulta	ats	63
	4.1. E	tude préliminaire sur éprouvettes en aluminium	63
	4.2. R	ésultats d'essai sur éprouvettes en Kovar	66
5.	Bilan		69
CF	IAPITR	E IV. ETUDE DE L'ASSEMBLAGE COLLE	71
1.	Introdu	uction	71
2.	Dromià	ere approche	72
		lan d'expériences 1	
		Objectifs	
	2.1.2.	Matrice d'essais	
	2.1.3.	Réalisation des véhicules tests	
	2.1.4.	Contrôles des collages	
	2.1.4.	Instrumentation et protocole expérimental	
		nalyses des résultats	
		•	
	2.2.1.	Sorties du plan d'expériences 1	
	2.2.2.	Collage sur supports fins	
	2.2.3.	Etude morphologique de l'interface de collage	
	2.3. N	Nodèle 3D avec transfert thermique	
	2.3.1.	Maillage et conditions aux limites	
	2.3.2.	Propriétés matériaux	90
	2.4. R	ecalage du transfert thermique du modèle 3D	90

	2.4.:	1.	Mesures expérimentales	90
	2.4.2	2.	Recalage numérique	92
	2.5.	Anal	yse thermique et mécanique	94
	2.5.	1.	Cartographie thermique	94
	2.5.2	2.	Effets de bord	95
	2.5.3	3.	Effet bilame	95
	2.6.	Bilar	n préliminaire	96
3.	Seco	onde a	approche	97
	3.1.	Outi	ls	97
	3.1.	1.	L'intégrale J	97
	3.1.2	2.	La méthode VCCT	99
	3.1.3	3.	Vérification préliminaire	101
	3.2.	Mod	lèle 2D mécanique avec raffinement des interfaces	103
	3.2.	1.	Objectifs	103
	3.2.2	2.	Description	103
	3.2.3	3.	Distribution de contraintes dans le joint de colle	105
	3.3.	Prise	e en compte des défauts	106
	3.3.	1.	Les manques de colle	106
	3.3.2	2.	Distribution de contrainte dans un joint avec manque	107
	3.3.3	3.	Les micros-délaminages	108
	3.3.4	4.	Méthode de caractérisation : les courbes R	108
	3.3.	5.	Scénario proposé pour l'apparition de la défaillance	114
	3.4.	Anal	yse de sensibilité	115
	3.4.:	1.	Démarche et hypothèses de calcul	115
	3.4.2	2.	Géométrie de l'assemblage	116
	3.4.3	3.	Conditions de cyclage thermique	118
	3.4.4	4.	Distribution des manques dans le joint de colle	120
	3.5.	Défi	nition des configurations les plus critiques	122
	3.6.	Plan	d'expériences 2	123
	3.6.3	1.	Objectifs	123
	3.6.2	2.	Matrice d'essais	123
	3.6.3	3.	Réalisation des éprouvettes	124
	3.6.4	4.	Contrôles	126
	3.6.	5	Sorties du plan d'expériences 2	127

4.	. Bilan	130
C	CHAPITRE V. CARACTERISATION EN FATIGUE DE L'ASSEMBLAGE	131
1.	. Introduction	131
2.	. Essai mécanique proposé	131
	2.1. Modèle EF 2D	131
	2.1.1. Contact du rouleau	132
	2.1.2. Phase de refroidissement initiale	132
	2.1.3. Scénario de simulation	133
	2.1.4. Champ de contrainte du joint sous flexion	133
	2.2. Validation de l'essai de flexion	134
	2.2.1. Chargement des interfaces de collage et stabilité	134
3.	. Campagne de fatigue mécanique	137
	3.1. Essais de fatigue en flexion 3 points	137
	3.1.1. Réalisation des éprouvettes	137
	3.1.2. Contrôle	138
	3.1.3. Instrumentation	139
	3.2. Réalisation des essais de flexion	139
	3.2.1. Essais quasi-statiques préliminaires	139
	3.2.2. Protocole	142
	3.3. Analyse	142
	3.3.1. Résultats	142
	3.3.2. Modes de rupture	144
4.	. Essais de vieillissement thermique	145
	4.1. Protocole d'essais	145
	4.2. Résultats	146
5.	. Comparaison des comportements en fatigue	147
	5.1. Courbe G-N de l'essai mécanique	147
	5.2. Comparaison des comportements en fatigue	149
6.	. Bilan	152
C	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	155
R	BIBLIOGRAPHIE	150
_		

ANNEXE A	165
ANNEXE B.	177

LISTE DES FIGURES

Figure 0-1 : Démarche générale adoptée	2
Figure I-1 : Photographie d'un boitier RF hermétique avant fermeture	3
Figure I-2 : Photographie d'une bille brasée sur un plot conducteur (cuivre ou or)	4
Figure I-3 : Exemple de cycle thermique imposé par la norme MIL STD 883 [2]	6
Figure I-4 : Photographie d'une plaque d'alumine (en blanc) gravée	8
Figure I-5 : Cliché d'un ménisque de colle réalisé au MEB	8
Figure I-6 : Exemple d'un motif de dispense source de manques de colle dans le joint	9
Figure I-7 : Variation du module d'Young avec la température	. 13
Figure I-8 : Mobilité macroscopique de chaînes organiques [14]	. 14
Figure I-9 : Récapitulatif des modes de pénétration de l'eau dans un assemblage collé [15]	. 15
Figure I-10 : Eprouvette entaillée montée sur un dispositif Arcan [34]	. 17
Figure I-11 : Courbes des contraintes et déformations en fonction du temps d'un essai de fluage recouvrance	
Figure I-12 : Courbes des contraintes et déformations en fonction du temps d'un essai de relaxat et d'effacement	
Figure I-13 : Déphasage des contraintes et déformations constaté sur les matériaux viscoélastic sous sollicitation dynamique	•
Figure I-14 : Géométrie d'une éprouvette TAST	. 20
Figure I-15 : Eprouvette tubulaire pour essai de traction [15]	. 21
Figure I-16 : Modifications de l'essai Arcan (a) pour le chargement combiné traction/cisaillement d assemblage collé (b) munis de becs (c) [38], [39]	
Figure I-17 : Essai de Die Shear utilisé comme essai équivalent de fatigue [44]	. 22
Figure I-18 : Essai de cisaillement pur des composants brasés [45]	. 23
Figure I-19 : Traction du support pour la caractérisation du chargement d'un report [46]	. 23
Figure I-20 : Essai de flexion du support en ouverture (a) et fermeture (b) [48]	. 23
Figure I-21 : Repère cylindrique en pointe de fissure	. 24
Figure I-22 : Modes de déplacement des surfaces de la fissure (a) Mode I ouverture (b) Mode cissaillement (c) Mode III vissage [50]	
Figure I-23 : Schéma d'un essai DCB mode I [50]	. 26
Figure I-24 : Schéma d'un essai ENF [50]	. 27
Figure II-1 : Clichés RX des plaques fines de colle	. 33

Figure II-2 : Cliché RX des allumettes de colle usinées pour sélection	34
Figure II-3 : Analyseur mécanique dynamique DMA 100+ de MetraVib	34
Figure II-4 : Essai de relaxation au PID inadapté présentant un dépassement à l'échelon déformation de 0.8%	
Figure II-5 : Courbes de traction à 20°C et 50°C	36
Figure II-6 : Compensation des déformations thermiques de la colonne pour un effort nul pendan stabilisation de 25°C vers -20°C et 50°C	
Figure II-7 : Courbes de fluage et recouvrance pour différentes températures et niveaux contraintes	
Figure II-8 : Recalage d'un essai de fluage pour deux temps de retard différents dans un modèle Zener	
Figure II-9 : Modèle de Prager dans le cas de la plasticité linéaire	39
Figure II-10 : Modèle de Bingham pour la plasticité dépendante du temps	39
Figure II-11 : Simulations des 4 essais de fluage et recouvrance à 20°C via des modèles plastiques	. 40
Figure II-12 : Essais CCR réalisés à 20°C et 50°C	. 41
Figure II-13: Un essai CCR avec des niveaux constants pour des temps de fluage croissants	. 42
Figure II-14 L'accumulation de déformation résiduelle non recouvrée est plus importante au cours temps qu'en fonction du niveau de charge	
Figure II-15 : Durcissement cyclique en RO déplacement à 60°C	43
Figure II-16: Relaxation de la contrainte moyenne	44
Figure II-17 : Schéma du modèle de matériau appelé Two-Layers	45
Figure II-18 : Consigne et réponse pour un essai de boucles à hystérésis avec paliers de relaxation.	. 48
Figure II-19 : Diagramme de la méthode de recalage progressive employée pour l'identification matériau	
Figure II-20 : Identification des lois d'évolution de E et f à partir des coefficients recalés aux étape et 2	
Figure II-21 : Identification des coefficients A et H en fonction de la température	54
Figure II-22 : Bonne qualité de recalage obtenue pour les essais de boucles à hystérésis à 25°C et 5	
Figure II-23 : Comparaison des des essais cyclés R=0 à 25°C et 50°C avec les simulations réalisées a le modèle Two-Layers recalé à partir des essais Hystérésis	
Figure III-1: Eprouvette DCB munie de talons	60
Figure III-2 : Montage de l'éprouvette de traction sur la machine d'essai et du suivi à la binoculaire	62
Figure III-3: Photographie d'un essai ENF des éprouvettes de Kovar symétriques	63
Figure III-4: Résultats d'essais DCB sur éprouvettes d'aluminium non dorées	64

Figure III-5 : Faciès de rupture des éprouvettes d'aluminium non dorées
Figure III-6 : Résultats d'essais DCB sur éprouvettes d'aluminium dorées
Figure III-7: Résultats d'essais ENF sur éprouvettes d'aluminium dorées
Figure III-8: Résultats d'essai de 3 éprouvettes de Kovar sans revêtement doré
Figure III-9 : Facies de rupture des éprouvettes DCB de Kovar sans revêtement doré
Figure III-10 : Résultats d'essais DCB sur éprouvettes de Kovar dorées
Figure III-11 : Facies de rupture adhésive d'une éprouvette de Kovar dorée
Figure III-12 : Résultats d'essais ENF sur éprouvettes de Kovar dorées
Figure III-13 : Ecarts des taux de restitution d'énergie mesurés entre les cas d'assemblages métalliques collés de l'étude
Figure IV-1 : Cheminement des 2 approches suivies pour répondre aux 2 objectifs de caractérisation de l'assemblage collé
Figure IV-2: Répartition de 4 cas répétés 3 fois sur une plaque de Kovar (VT S1M1)74
Figure IV-3 : Dépose biaisée des composants afin d'éviter le collage des coins (facteur C)
Figure IV-4 : Schéma du principe de Microscope Acoustique à Balayage [78]
Figure IV-5 : Analyse de type A-scan pour la détection de défauts [78]
Figure IV-6 : Analyse de type B-scan pour la localisation sur une direction [78]
Figure IV-7 : Exemple d'échantillonage à l'interface colle – MIC à 264ms pour une largeur de 32ms [78]77
Figure IV-8 : Présence de bulles d'air à gauche et d'une bande d'écrasement du film de protection à droite
Figure IV-9 : C-scan du véhicule test S1M1 à l'instant initial
Figure IV-10 : C-scans de T1C0D0S0M1 (à gauche) et T1C0D1S0M0 (à droite)
Figure IV-11 C-scans de T0C1D1S0M0 (à gauche) et T1C1D0S0M0 (à droite)
Figure IV-12 : Exemples de contrôle visuel des ménisques réalisés sur l'ensemble des collages 79
Figure IV-13 : L'échappement d'air pendant la polymérisation endommage les ménisques
Figure IV-14 : Schéma d'une coupe tranverse d'un empilement instrumenté de 2 thermocouples 80
Figure IV-15 :Evolution des échos MAB à l'interface MIC du composant S1M1 C2
Figure IV-16 : Concentration des anomalies autour des manques et bords du collage du cas A1 82
Figure IV-17 : Présence de zones délaminées proches des bords libres confirmée sur les coupes transverses de D1 après 1760 chocs
Figure IV-18 : Véhicule test de vérification FINE SOM1
Figure IV-19 : C-scans de l'interface MIC-colle et Kovar-colle des véhicules de test sur supports fins à l'état initial

Figure IV-20 : Effet de l'inertie thermique par rapport aux consignes de température imposées 84
Figure IV-21: Les défaillances repérées sur l'interface de collage MIC ne sont pas détectées côté Kovar pour l'éprouvette FINE S1M1 après 1130 cycles
Figure IV-22: Comparaison des analyses MAB et de ressuage du prototype A
Figure IV-23 : Présence de micro particules d'argent en contact avec le verre au microscope (à gauche) et avec l'alumine dorée en vue micrographique (à droite)87
Figure IV-24 : Réduction du modèle d'assemblage collé par symétrie87
Figure IV-25: Maillage structuré raffiné au coin de l'assemblage
Figure IV-26 : 7 nœuds dans l'épaisseur du joint à bord droit88
Figure IV-27 : Conditions limites pour le calcul thermique
Figure IV-28 : Conditions aux limites pour le calcul mécanique89
Figure IV-29 : Moyennes des températures mesurées par l'ensemble des thermocouples pendant les essais thermiques
Figure IV-30 : Ecart de température de part et d'autre des MIC91
Figure IV-31 : Flux de convection différent entre la chambre chaude et la chambre froide
Figure IV-32 : Résultats du recalage du trasnfert thermique du modèle 3D en fonction des 4 cas proposés93
Figure IV-33 : Champs de température dans le joint (à gauche) et l'assemblage (à droite) sans résistance thermique pendant la transition du palier froid au palier chaud
Figure IV-34: Champ de contraintes de pelage au coin du joint de colle avec une zone er compression (en noir) et de traction (en couleur)95
Figure IV-35: Evolution des contraintes le long de la diagonale du plan médian des joints de colle des assemblages 9x9mm² et 27x27mm² pris au palier froid
Figure IV-36 : Contour de la pointe de fissure pour le calcul de l'intégrale J
Figure IV-37 : Méthode de fermeture de fissure en 2 étapes [82]100
Figure IV-38 : Méthode VCCT (1 seule étape) [82]100
Figure IV-39 : Modèle de plaque d'Irwin au maillage coïncident et avec une taille de maille minimale de 10μm
Figure IV-40 : Relaxation de J et de G calculée à l'aide des méthodes de contour et VCCT resp 103
Figure IV-41 : Géométrie du modèle d'assemblage 2D104
Figure IV-42: Maillages coïcidents aux interfaces (10μm de taille de maille dans le joint) 105
Figure IV-43 : Consigne en température imposée à tous les nœuds du modèle 2D 105
Figure IV-44: Niveaux de contraintes dans un joint de colle plein à la fin du palier froid d'un cycle thermique
Figure IV-45 : Modélisation d'un manque à bords droits dans le modèle 2D

Figure IV-46 : Niveaux de contraintes d'un joint avec manque pour un cycle thermique 107
Figure IV-47 : Chargement d'une fissure ouverte au bord en fonction de sa propagation 109
Figure IV-48 : Chargement d'un délaminage à l'interface MIC
Figure IV-49 : Acroissement du chargement d'un délaminage avec son diamètre 113
Figure IV-50 : Comparaison de la mixité du chargement d'une fissure ouverte et d'un délaminage seu
Figure IV-51 : Chargement d'une fissure et d'un délaminage à l'interface MIC pour un joint muni d'ur manque de colle
Figure IV-52 : Taux de restitution d'énergie en mode I aux bords des délaminages à l'interface MIC
Figure IV-53: Chargement des micro délaminages distribués à l'interface MIC à différente concentration
Figure IV-54 : Point de chargement caractéristique en mode I de l'interface MIC – colle
Figure IV-55 : Résultats d'identification des méta-modèles sur les cas de simulation (étude géométrique)
Figure IV-56 : Indices de sensibilité des paramètres géométriques du collage 118
Figure IV-57 : Exemples de profils thermiques simulés dans l'analyse de sensibilité119
Figure IV-58 : Résultats d'identification des méta-modèles sur les cas de simulations (étude sur les conditions de cyclage thermique)
Figure IV-59 : Indices de sensibilité des paramètres thermiques du collage
Figure IV-60 : Résultats d'identification des méta-modèles sur les cas de simulation (étude sur la distribution de défauts)
Figure IV-61 : Indices de sensibilité des paramètres de distribution des défauts dans le joint 123
Figure IV-62 : Evolution de la réponse G _I en fonction des paramètres géométriques modifiables 122
Figure IV-63 : Evolution de la réponse G _I en fonction des paramètres thermiques modifiables 123
Figure IV-64 : Photograhie d'un motif intégral pour une MIC de 24x24mm² et des calles (fils calibrés disposées sur les côtés
Figure IV-65 : Répartition de la colle pour les cas avec macro-manques
Figure IV-66 : C-scans de 8 cas du plan d'expériences à l'état initial parmi les 32 éprouvettes réalisées
Figure IV-67: Evolution du cas T0E1S0 n°4 au cours des essais thermiques
Figure IV-68 : Comparaison des MAB après 300 chocs en fontion des niveaux des facteurs (E) et (T
Figure V-1 : Modèle 2D de l'essai de flexion 3 points
Figure V-2 : Conditions limites de l'étape de refroidissement initial

Figure V-3 : Conditions limites de l'étape de flexion	133
Figure V-4 :Niveaux de contraintes dans un joint intact pour un cycle en flexion 3 points	134
Figure V-5 : Courbes R d'une fissure débouchant sur le bord du joint de colle pour un essai de f piloté en déplacement (à gauche) et effort (à droite)	
Figure V-6 : Courbes R des délaminages aux interfaces de collage en mode I et II pour un es flexion	
Figure V-7 : Niveaux de contraintes dans un joint avec manques pour un cycle en flexion 3 point	s. 136
Figure V-8 : Courbes de résistance de deux fissures ouvertes sur un manque en flexion (à gauc d'un délaminage (à droite)	•
Figure V-9 : Photograpies d'une éprouvette de fatigue	138
Figure V-10 : Analyse MAB d'une éprouvette de fatigue	138
Figure V-11 : Schéma de fixation des capteurs acoustiques	139
Figure V-12 : Montage des éprouvettes pour l'essai de flexion mixte	140
Figure V-13 : Enregistrement des évènements acoustiques au cours du temps	140
Figure V-14 : L'accumulation exponentielle des évènements acoustiques a lieu en même temps chute de raideur de l'éprouvette	
Figure V-15 : Contrôle du facies de rupture au MAB	141
Figure V-16 : Courbes effort-déplacement des essais quasi-statiques de flexion	142
Figure V-17 : Chute de raideur d'une éprouvette au niveau 2 de fatigue	143
Figure V-18 : Traitement des données acoustiques de l'essai	143
Figure V-19 : Détection de l'initiation du délaminage à 500 cycles (15min d'essai)	144
Figure V-20 : Courbes de Wöhler	144
Figure V-21 : Délaminage visible au MAB à l'interface de la MIC de l'éprouvette 31 avant et essai	•
Figure V-22 : Assemblage aux deux plans de collage endommagés de l'éprouvette 56	145
Figure V-23 : Défaillance détectée au MAB sur les éprouvettes 2 et 12	147
Figure V-24 : Courbe de Wöhler G-N à partir de essais et des simulations	149
Figure V-25 : Facteur d'échelle constant entre la courbe de fatigue en flexion et celle d'un es étuve	
Figure V-26 : L'écart du comportement en fatigue en étuve avec celui en flexion à 20°C dépend température du palier froid	
Figure A-1 : Dimensions des éprouvettes de colle moulées dans un moule en PEEK à 6 alvéoles	165
Figure A-2 : Cliché RX d'une éprouvette testée et d'une éprouvette intacte	165
Figure A-3 : Banc d'essai pour les essais de traction monotone à température	167

Figure A-4 : Essais de traction uniaxiale à 1mm/min à différentes températures 168
Figure A-5 : Essai de traction uniaxiale à 25°C à différentes vitesses de déplacement
Figure A-6 : Courbes du rapport des déformations longitudinales et transversales obtenues par corrélation d'images (Post traitement ARAMIS au-dessus)
Figure A-7 : Essai de dilatométrie sur un échantillon de la colle LMISR4 171
Figure A-8 : Schéma du modèle de Maxwell généralisé
Figure A-9 : Variations de la raideur et de l'amortissement de l'éprouvette à différentes températures entre 1 et 100 Hz
Figure A-10 : Courbes maîtresses obtenues à l'aide du principe d'équivalence WLF174
Figure B-1 : Motifs de dispense utilisés pour les 4 véhicules de test du plan d'expériences 1 177
Figure B-2 : Présentation des 4 véhicules de test du plan d'expérience 1 avec la répartition des cas (à gauche) sur les plaques de Kovar en fonction de leur revêtement (au centre) et les clichés MAB initiaux (à droite)
Figure B-3 : Comparaison des C-scans réalisés au MAB avec le facies de rutpure d'un assemblage . 179
Figure B-4 : Comparaison des contraintes de traction dans les directions du plan de collage 3D dont le repère est aligné sur la diagonale (à gauche) et celles issues du modèle 2D (à droite)
Figure B-5 : Profils des déformations plastiques équivalentes au voisinage du bord à la fin du palier froid
Figure B-6 : Distribution de la déformation plastique dans le repère principal après différents nombres de cycles entre 1% et 3%
Figure B-7 : Régimes transitoires et stabilisés des évolutions de la déformation plastique principale et des contraintes de von Mises en zone courante
Figure B-8 : Echantillonage d'un plan de deux facteurs
Figure B-9 : Définition des 100 cas à simuler dans le plan numérique géométrique 190
Figure B-10 : Recalage satisfaisant des taux de restitution d'énergie en mode I prélevés sur une fissure en fonction des conditions d'essai de flexion 3 points
Figure B-11 : Indices de sensibilité des paramètres de l'essai de flexion 3 points

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I-1 : Comparaison des méthodes de report métallique et organique	5
Tableau II-1 : Plan d'essais de fluage et recouvrance	37
Tableau II-2 : Description du modèle de Zener	38
Tableau II-3: Essais d'investigation	41
Tableau II-4 : Liste des essais de boucles à hystérésis utilisés pour l'identification de la loi comportement	
Tableau II-5 : Evolution des coefficients matériaux Two-Layers en fonction de la température	55
Tableau II-6 : Indicateurs de corrélation des courbes expérimentales avec la loi de comporten définitive	
Tableau III-1 : Paramètres testés pour la mise au point du procédé de fabrication des éprouvettes.	60
Tableau III-2: Eprouvettes DCB et ENF	61
Tableau IV-1 : Détails du plan d'exéprience n°1	73
Tableau IV-2 : Plan fractionné L16 de Taguchi	73
Tableau IV-3 : Etapes de contrôle des échantillons du plan d'expériences n°1	81
Tableau IV-4 : Propriétés matériaux des adhérents	90
Tableau IV-5 : Propriétés thermiques de la colle	90
Tableau IV-6 : Liste des cas considérés dans le recalage du transfert thermique du modèle 3D	92
Tableau IV-7 : Résultats du recalage	93
Tableau IV-8 : Comparaison des outils de la mécanique de la rupture disponibles dans ABAQUS	101
Tableau IV-9 : Valeurs du taux de restitution d'énergie en fonction des cas calculés	102
Tableau IV-10 : Dimensions d'un assemblage collé	104
Tableau IV-11 : Liste des paramètres géométriques de l'étude paramétrique	116
Tableau IV-12 : Liste des paramètres de l'analyse de sensibilité thermique	118
Tableau IV-13 : Liste des paramètres de l'analyse de sensibilité de la distribution de manques	121
Tableau IV-14 : Détails du plan d'expérience n°2	124
Tableau IV-15: Matrice d'essais	124
Tableau IV-16: Mesures en μm de l'épaisseur des joints de colle des 32 éprouvettes du _l d'expériences 2	
Tableau V-1 : Définition des niveaux de fatigue	142
Tableau V-2 : Programme de prélèvement des éprouvettes en étuve	146
Tableau V-3 : Géométrie du modèle de flevion nour l'essai de fatigue	1/12

Tableau A-1 : Liste des paramètres susceptibles d'intervenir dans la formation de porosités 166
Tableau A-2 : Matrice d'essais de traction monotone
Tableau A-3: Principales propriétés du matériau aux 4 températures d'essais
Tableau A-4 : Descirption des modèles de Maxwell et Voigt
Tableau A-5 : Description du modèle de Zener
Tableau B-1 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique géométrique 191
Tableau B-2 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique thermique
Tableau B-3 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique sur la distribution de défauts 192
Tableau B-4 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique sur l'essai de flexion 3 points 193
Tableau B-5 : Analyse du cas A (12x12mm² / 100μm / Motif avec manques)195
Tableau B-6 : Analyse du cas B (12x12mm² / 100μm / Motif plein)
Tableau B-7 : Analyse du cas C (12x12mm² / 200μm / Motif avec manques)
Tableau B-8 : Analyse du cas D (12x12mm² / 200μm / Motif plein)
Tableau B-9 : Analyse du cas E (24x24mm² / 100μm / Motif avec manques)
Tableau B-10 : Analyse du cas F (24x24mm² / 100μm / Motif plein)
Tableau B-11 : Analyse du cas G (24x24mm² / 200μm / Motif avec manques)197
Tableau B-12 : Analyse du cas H (24x24mm² / 100μm / Motif plein)

INTRODUCTION

Le domaine de l'électronique radio fréquence pour satellites de télécommunication doit répondre à un besoin récurrent de miniaturisation de ses applications. La réponse adaptée consiste à densifier les circuits intégrés sur un même module, souvent en alumine. Cela génère un panel de nouveaux défis tels que la taille ou la diversité des modules qui compliquent leur fabrication.

La fabrication des technologies hybrides de Thales Alenia Space met en œuvre plusieurs moyens de report des composants radio fréquences (brasures, collages). Le moyen le plus innovant et capable de répondre aux exigences radio fréquence est l'utilisation de colles conductrices. Plus faciles à mettre en œuvre que le brasage, les adhésifs à base d'époxy chargée de microparticules d'argent ont aussi l'avantage d'être plus flexibles au niveau du procédé de fabrication grâce à leur aptitude à polymériser à faible température par rapport au brasage. Cependant, le comportement en fatigue de tels adhésifs est encore mal connu. Les approches habituellement utilisées pour la qualification du vieillissement en orbite des technologies de report de composants comme les brasures ont été extrapolées aux assemblages collés, mais sont-elles vraiment adaptées ?

La qualification de ces technologies est réalisée au sol par des essais accélérés qui se veulent représentatifs ou permettant de couvrir le vieillissement en orbite. La fatigue thermique d'un assemblage collé au sein d'un boitier hybride RF pour une mission d'une durée de 18 ans est ainsi accélérée au sol par une campagne de chocs thermiques en étuve qui dure, elle, quelques jours.

L'objectif principal de ce travail est donc l'identification et la caractérisation des mécanismes de fatigue thermomécanique d'assemblages pour applications radio fréquence à base de composants céramiques collés par colle conductrice isotrope. Cela comprend le mode d'initiation de la défaillance, les facteurs influents responsables de son apparition, puis sa propagation et la caractérisation du comportement en fatigue des assemblages pour un critère de défaillance donné.

L'organisation de ce document suit l'approche chronologique des travaux qui ont été réalisés. Elle est divisée en 2 grandes parties, chacune comptant 2 chapitres comme représenté en Figure 0-1. La démarche est définie compte tenu des objectifs et de l'état-de-l'art présentés dans le premier chapitre. Les axes de recherche concernent la caractérisation du matériau adhésif et la caractérisation en fatigue d'un assemblage.

L'étude débute par la caractérisation complète de l'adhésif en chapitre 2. Identifier le comportement fortement non linéaire de ce matériau est d'autant plus nécessaire qu'il varie en fonction de la température. Or, il doit être caractérisé sur la plage de température de l'essai thermique accéléré ainsi que pendant la mission en orbite. Une étude de la mécanique de la rupture de la colle aux interfaces de collage est proposée dans le 3^e chapitre. Elle vient compléter les données matériau. A partir des résultats de cette partie, il sera possible de pondérer la sévérité des différents chargements présents dans l'assemblage et le cas échéant de déterminer le cas critique responsable de la défaillance.

La seconde grande partie de ces travaux concerne la caractérisation de la défaillance dans l'assemblage. L'identification des facteurs influents sur la défaillance fait appel à des plans d'expériences combinant différents paramètres de report. Dès l'observation de la défaillance en

début de chapitre 4, des modèles éléments finis de l'assemblage pour déterminer le mode de défaillance précis : chargement critique, mode de propagation, combinaison des facteurs géométriques et thermiques. Le comportement matériau identifié préalablement y est implémenté. Un scénario de défaillance est proposé.

La caractérisation de la fatigue de l'assemblage suivant ce scénario de défaillance est l'objet du chapitre 5. La durée des essais de vieillissement thermique en étuve n'a pas permis d'entreprendre une étude expérimentale en fatigue dans le temps imparti. Un essai mécanique est donc proposé pour se substituer aux sollicitations thermo-mécaniques appliquées à l'assemblage.

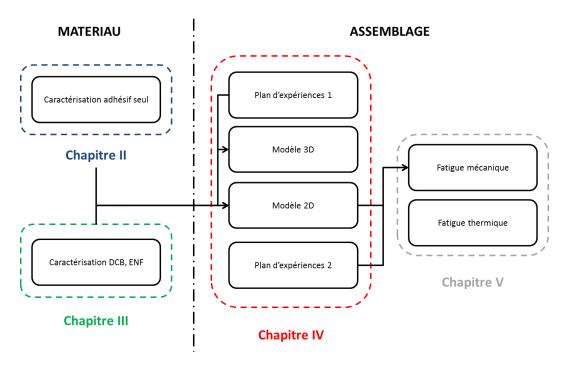


Figure 0-1 : Démarche générale adoptée

CHAPITRE I. CONTEXTE DE L'ETUDE

Le sujet de thèse porte sur l'étude du comportement en fatigue des technologies de report de composants radio fréquence pour application spatiale. Le premier chapitre en présente le contexte industriel. Une problématique générale est posée pour la formulation des objectifs de ces travaux de thèse. Un état-de-l'art des travaux relatifs à la caractérisation des adhésifs et à leur comportement en fatigue est présenté. Il permet de dégager les principaux axes de recherches qui constituent la démarche générale qui a été décrite en introduction.

1. L'électronique hybride hyper fréquence à applications spatiales

1.1. La charge utile de satellite de télécommunication

Un satellite peut être décomposé en deux parties principales : la plateforme et la charge utile. La première partie comprend la structure primaire et les équipements nécessaires au bon fonctionnement du satellite : circuit de puissance, système de contrôle d'attitude et d'orbite, systèmes de gestion de bord etc. La charge utile est propre à chaque mission puisque c'est l'ensemble des moyens réalisant la fonction du satellite. Dans le cas d'un satellite de communication, la charge utile est constituée de répéteurs, d'amplificateurs, de modulateurs et d'antennes de réception et d'émission.

L'objet de l'étude concerne un des éléments actifs de cette charge utile : le boîtier électronique hybride, illustré en Figure I-1. Le mot hybride désigne les produits qui rassemblent des fonctions de puissance et des fonctions de traitement de signaux radio fréquence (ou RF) reportés dans le même boitier. Une fois que les composants sont fixés au boitier et connectés, celui-ci est fermé hermétiquement sous une atmosphère d'azote sèche.

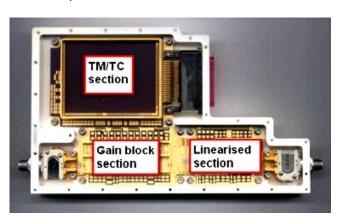


Figure I-1: Photographie d'un boitier RF hermétique avant fermeture

Ces produits doivent être conçus pour résister à l'environnement spatial et au lancement du satellite. Le Centre National d'Etudes Spatiales (CNES) déclare un produit conforme à condition qu'il passe avec succès une batterie d'essais de qualification au sol suivant les normes imposées par l'ESA.

En ce qui concerne les boitiers hybrides, les essais sont en grande partie réalisés à Thales Alenia Space. A chaque nouveau design, une campagne de qualification est requise. Des essais de chocs

thermiques, de chocs mécaniques, des essais sous vides, ou encore sous sollicitations dynamiques et statiques sont réalisés avant d'en valider la conception.

Les essais de qualification ne s'appliquent qu'aux nouvelles technologies ou procédés. Cependant, un contrôle qualité systématique est maintenu pour chaque pièce sortant de production. Cela comprend les tests de recette thermiques et mécaniques d'une sévérité moindre mais à prendre en compte dans le design d'une mission tout autant que les essais de qualification.

1.2. Les technologies de report de composants

Le report des composants désigne l'assemblage des constituants électroniques sur leur support afin de réaliser une fonction complexe et d'en maintenir l'intégrité. Généralement le report consiste à établir une simple liaison mécanique avec le support d'accueil mais peut aussi avoir d'autres fonctions complémentaires. Par exemple, les composants hyperfréquence conçus à Thales nécessitent aussi une liaison thermique et électrique avec le support. Le choix de la nature du report dépendra donc des besoins et moyens à disposition. Deux technologies de report sont couramment utilisées en industrie : le brasage et le collage par colle conductrice isotrope (ou ICA pour Isotropic Conductive Adhesive).

1.2.1. Le brasage

Le brasage est une technique qui consiste à assembler deux pièces métalliques à l'aide d'un métal d'apport à l'état liquide dont la température de fusion est inférieure à celles des pièces à réunir. Contrairement au soudage où les bords des pièces à assembler sont aussi portés à leur point de fusion, ici le métal d'apport à l'état liquide mouille les surfaces à assembler et se diffuse dans la matière qui reste à l'état solide. Le métal est souvent déposé sous forme de billes de brasure (cf. Figure I-2) qui assurent la liaison après cuisson à haute température (supérieure à 200°C).

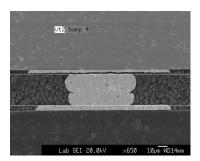


Figure I-2: Photographie d'une bille brasée sur un plot conducteur (cuivre ou or)

1.2.2. Les colles conductrices isotropes (ICA)

Dans les années 1960, aucun matériau organique n'était autorisé dans les équipements militaires critiques tels que les boîtiers électroniques hermétiques destinés à l'aérospatial. Or, l'utilisation d'adhésifs polymères est rapidement devenue incontournable grâce à certains avantages par rapport aux matériaux de brasage (cf. Tableau I-1). Ils répondent au besoin constant de l'industrie de miniaturisation des composants et d'amélioration de la flexibilité des procédés.

Tableau I-1 : Comparaison des méthodes de report métallique et organique

Méthode de report	Avantages	Limitations
Brasage étain- plomb (SnPb)	 Procédé par lot Dispense automatique Usage répandu Bonne conductivité électrique et thermique 	 Nécessite la fusion du matériau Toxicité du plomb (normes REACH) Corrosion de la soudure sans revêtement Risque de vide sous composants de grande taille Exposition à de hautes températures lors de l'application du matériau
Collage	 Facilité de correction Bas coût Basses températures de procédé Dispense automatique Adhésif spécifique à l'application Capacité à relaxer les contraintes Possibilités de réparation 	 Risque de dégazage en environnement spatial Nécessite des temps de cuisson importants Fort coefficient de dilatation thermique de la colle polymère

Les colles conductrices isotropes répondent aux besoins du report de composant RF. La conduction thermique améliorée de ce type d'adhésif assure le contrôle en température des composants électroniques tout au long de la mission. La conductivité électrique permet le branchement à la masse des composants RF, nécessaire à leur bon fonctionnement.

Toutes les colles conductrices utilisées dans l'industrie fonctionnent sur le même principe. Il s'agit de charger une matrice organique adhésive, par exemple à base époxy, de micro particules métalliques ou de carbone. La géométrie de ces charges peut varier mais il est important d'atteindre une concentration au seuil de percolation pour assurer la conduction électrique.

L'utilisation de colles conductrices connaît un essor considérable dans le domaine de l'électronique spatiale. Plus facile à mettre en œuvre que le brasage, les adhésifs à base époxy ont aussi l'avantage d'être plus flexibles et de mieux résister au fluage que les autres technologies d'assemblages. Cependant, leur comportement face à la fatigue thermomécanique est encore mal connu. Les méthodes habituellement utilisées dans la qualification du vieillissement des technologies de report de type métallique ne sont pas adaptées aux assemblages collés et font l'objet de recherches depuis quelques années.

1.3. L'essai de qualification thermique des reports

En Europe, l'autorité chargée de définir les normes et tests de certification est l'agence spatiale européenne (ESA). La norme ESA définit l'ensemble des exigences pour une certification des boîtiers hybrides [1]. Cela concerne donc l'ensemble des technologies utilisées pour la fabrication du système et notamment les reports de composants qui doivent satisfaire les critères de conformité.

Cette norme porte aussi bien sur les procédés de fabrication que sur les méthodes de qualification et de contrôle de qualité. Elle est issue d'un standard américain pour l'électronique militaire référencée MIL STD 883 [2]. La méthode 1010.8 « Temperature cycling » de cette norme définit un essai de vieillissement thermique à appliquer aux systèmes électroniques spatiaux.

La Figure I-3, tirée de cette norme, définit un exemple de choc thermique à appliquer à un assemblage.

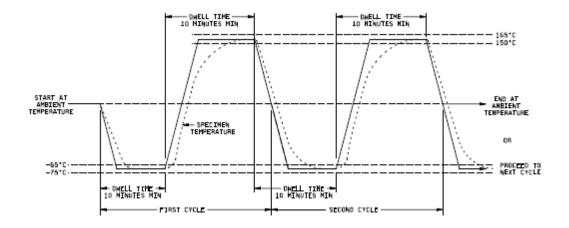


Figure I-3 : Exemple de cycle thermique imposé par la norme MIL STD 883 [2]

L'essai débute à température ambiante avant de descendre à basse température entre -55°C et -75°C. Après un palier de 10 minutes minimum, l'assemblage électronique est plongé dans une atmosphère à haute température entre 150°C et 165°C pour à nouveau 10 minutes, etc. Les transitions entre un environnement et l'autre, correspondant aux descentes et montées en température, doivent être réalisées en moins d'une minute. Pour cela, les échantillons sont transférés d'une atmosphère à l'autre grâce à un élévateur entre la chambre chaude et la chambre froide.

La température d'échantillon que désigne la norme est la température de la partie fonctionnelle du report, ici le joint de colle ou de brasage. En pratique, un thermocouple est seulement collé sur le support proche du composant. La température du système est considérée uniforme.

Le produit est certifié conforme si aucune défaillance n'est constatée après 500 chocs thermiques. Plusieurs techniques de contrôle existent pour détecter une défaillance. L'analyse au Microscope Acoustique à Balayage (ou MAB) et l'inspection aux Rayons X sont utilisées lors de la qualification de nouveaux designs ou procédés de report mais ne font pas partie des procédures du contrôle qualité en production. A l'inverse, l'inspection visuelle des ménisques est systématique. La présence de fissures sur les ménisques de colle est notamment une source de rejet lors du contrôle qualité des composants.

1.4. Les besoins industriels

Dans le but de rendre la conception et la fabrication des nouveaux boitiers RF plus flexible et de fournir des solutions moins encombrantes, il faut densifier les circuits des boitiers. Dans ce but, un grand nombre de fonctions électroniques sont rassemblées sur un même module. Appelés circuits intégrés ou MIC (pour Multi Integrated Circuit), ces modules sont des carrés d'alumines sur lesquels sont gravées les fonctions logiques miniatures ou circuits RLC.

Peu à peu les modules augmentent en taille pour accueillir davantage de circuits. Toutefois, des défaillances lors des essais accélérés de qualification thermique apparaissent à partir d'une certaine taille d'alumines. Les outils de dimensionnement en fatigue utilisés jusqu'ici pour les assemblages collés par colle conductrice proviennent du domaine des brasures. Or, les prédictions ne correspondent pas aux observations expérimentales et il est difficile de qualifier en étuve les alumines de taille trop importante.

Caractériser le vieillissement de ce type d'assemblage collé et aboutir à un outil de dimensionnement plus adapté pourraient contribuer à la miniaturisation des circuits.

2. Cas d'étude et problématique

Le collage par colle conductrice isotrope ou ICA est la technologie de report la plus récente, c'est pourquoi elle a été peu étudiée jusqu'ici. C'est cependant un procédé prometteur en termes de productivité. Le cas d'étude défini pour l'ensemble des travaux de thèse porte sur le report d'une MIC sur support Kovar par colle conductrice isotrope référencée 84-1 LMISR4 de AbleBond, Henkel.

2.1. Collage d'un composant d'alumine sur un support Kovar

2.1.1. Le composant

Le composant considéré dans le cas d'étude est un carré d'alumine d'épaisseur et de taille variable. Bien que des composants de matériaux différents sont aussi couramment reportés par collage, tels que des puces de silicium ou encore des modules en arséniure de gallium (AsGa), il n'y a que les modules en alumine qui sont susceptibles d'atteindre des dimensions relativement importantes.

Les épaisseurs de plaques d'alumine habituellement utilisées en production sont de 0.254mm et 0.635mm. La géométrie de la MIC est choisie carrée par simplification. En général, la face avant de la MIC comporte des gravures qui forment le circuit intégré tandis que la face arrière constitue l'interface de collage (cf. Figure I-4).

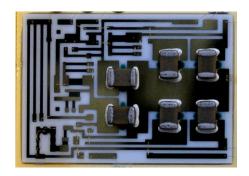


Figure I-4: Photographie d'une plaque d'alumine (en blanc) gravée

La MIC subit plusieurs traitements de surfaces. Elle est polie-rectifiée ce qui permet d'éviter l'accroche de pollution avant report et d'avoir un composant le plus plan possible. Ensuite, la plaque d'alumine est dorée soit par galvanisation, ou par pulvérisation après avoir été recouverte d'une couche d'accroche de tungstène. Le revêtement assure un plan magnétique à la base du composant très régulier et nécessaire pour les applications radio fréquences.

2.1.2. Le support Kovar

Le support accueille l'ensemble des composants pour permettre leurs interconnections tout au long de la mission. Il constitue le bâti mécanique des composants tout en fournissant un retour à la masse et une température contrôlée en continue.

Les boitiers sont en Kovar pour sa stabilité thermique. Les surfaces sont dorées par galvanisation pour éviter les problèmes de corrosion et de formations dendritiques.

La géométrie du support varie aussi beaucoup en fonction des besoins. Le cas d'étude est restreint à une plaque pouvant accueillir un ou plusieurs composants, d'épaisseur 1 à 5mm.

2.1.3. L'adhésif

La colle conductrice isotrope ou ICA est référencée 84-1 LMISR4. C'est un adhésif à base époxy chargé de micro particules d'argent (20% du volume). Les charges sont des paillettes ou copeaux d'argent de forme très aléatoire. Elles font au maximum $10\mu m$ de long pour 1 à 2 μm de diamètre. Ces particules sont parfaitement visibles au Microscope Electronique à Balayage en Figure I-5.

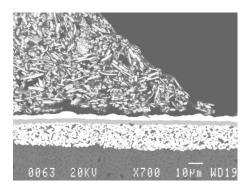


Figure I-5 : Cliché d'un ménisque de colle réalisé au MEB

La colle 84-1 LMISR4 est une colle époxyde mono composant. Ce type d'adhésif comprend une base époxy, le pré polymère, et un durcisseur aminé qui réagissent ensemble pour former un réseau tridimensionnel [3], [4]. Couramment utilisées pour le collage sur surfaces métalliques [5], les colles époxydes peuvent tenir des contraintes relativement élevées et résistent assez bien à l'environnement.

La colle est livrée sous forme de seringues de 50 cm³.

2.1.4. Le procédé de collage automatique

Le collage des MIC est réalisé de manière automatique par deux robots industriels. Ils réalisent la dispense de l'adhésif et la dépose du composant sur le substrat encollé. Il est ainsi possible de coller des MIC avec une grande précision pour une échelle réduite. C'est une réponse adaptée aux besoins de miniaturisation et de densification des systèmes.

L'étape d'encollage est réalisée à l'aide d'un robot de dispense MRSI 500. Elle ne concerne que le support Kovar et rarement le composant. L'encollage est réalisé en décrivant un motif de dispense entièrement programmable.

Quel que soit le motif utilisé pour la distribution automatique de la colle, des irrégularités de dispense sont susceptibles de former des défauts initiaux tels que l'emprisonnement d'air. Lorsqu'un motif de dispense est volontairement aéré de façon à économiser l'adhésif ou augmenter la vitesse de production, il se forme des porosités plus importantes que de simples bulles d'air, appelées « manques de colle ». La Figure I-6 montre un exemple de motif en spirales disjointes susceptibles de former un joint poreux.

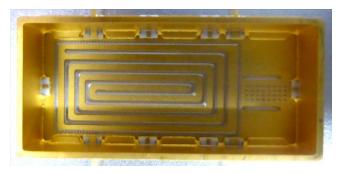


Figure I-6 : Exemple d'un motif de dispense source de manques de colle dans le joint

La seconde étape consiste à déposer les composants à leurs emplacements dédiés. La dépose des MIC sur les motifs de colle est aussi réalisée de manière automatique. Une fois les repères d'alignement enregistrés, le robot prélève les composants dans un magasin à l'aide d'une buse aspirante. Il les dépose à vitesse et effort programmables aux emplacements désirés. Comme pendant la phase de dispense, la hauteur de la buse est connue en permanence à l'aide d'un laser.

La dispense de colle et la dépose des composants doivent être achevées en moins de deux heures sinon les performances nominales de l'adhésif ne sont pas garanties. Le boitier et les empilements qu'il contient sont ensuite placés en étuve pour la polymérisation de l'adhésif.

Le cycle de polymérisation de la 84-1 LMISR4 consiste à imposer à l'assemblage un palier à 150°C pendant 2h.

2.2. Les cas de charge

Les essais de qualification thermique et les conditions de vie en orbite constituent le seul type de chargement des collages considérés dans cette étude. Le chargement extérieur est donc supposé exclusivement thermique. Cependant, des sollicitations mécaniques internes sont engendrées par le jeu des coefficients de dilatation thermiques. L'étude porte sur les effets d'un chargement cyclique thermomécanique du collage.

2.2.1. Essais de qualification thermique

L'essai de qualification thermique présenté précédemment impose une série de chocs thermiques aux assemblages collés. La dynamique de tels chocs dépend de l'inertie thermique du système. La totalité de l'essai est réalisé sous balayage d'azote sec. Il n'y a pas de disposition particulière à suivre dans l'étuve. Les échantillons sont placés au centre d'un élévateur chargé du transfert d'une atmosphère à une autre.

Les effets d'un tel chargement sont la dégradation par fatigue thermique ou par fatigue thermomécanique du joint de colle. On ne considère ici aucune fatigue des adhérents dont les performances sont bien supérieures à celles de la colle conductrice.

2.2.2. Mission en orbite

Une fois reporté, le boitier est refermé hermétiquement sous balayage d'azote sec. Les reports collés n'auront donc, a priori, aucune interaction avec l'oxygène ou l'humidité pendant la mission. La température est l'unique sollicitation environnementale considérée au cours de la vie du de l'assemblage.

Les différentes sollicitations dynamiques subies par l'assemblage collé au cours de son intégration au satellite, des recettes de vérification ou encore lors du lancement ne sont pas traitées dans cette étude. Seul l'aspect vieillissement du report soumis aux variations cycliques de température est traité.

Au cours de la mission en orbite, les expositions au soleil alternées de périodes d'éclipse sont sources de variations de température dans tout le satellite. Pour la charge utile des satellites de télécommunications, des modes de fonctionnement ON/OFF en fonction des zones survolées peuvent aussi faire varier la température de l'électronique. Cependant, l'électronique est en permanence contrôlée en température par des caloducs et des radiateurs. Le profil de sollicitation thermique tout au long de la mission est donc réduit à une oscillation de la température autour de 30°C à +/- 10°C. La période d'oscillation moyenne est d'environ 2h.

Le cas de charge en mission est par conséquent relativement faible en comparaison des chocs thermiques de l'essai de qualification. L'absence de retour sur expérience des technologies spatiales, implique une qualification très dimensionnante en comparaison des charges réelles de la mission.

2.3. Problématique et objectifs

D'après la définition du cas d'étude qui précède et des cas de charges rencontrés au sol et en mission, la problématique qui s'impose tient en 3 points :

1. Quel est le mécanisme de fatigue de cet assemblage collé?

C'est la première chose à laquelle il faut répondre. S'agit-il d'une baisse des propriétés mécaniques de l'adhésif par dégradation ou l'apparition d'endommagement qui provoquerait la ruine ? Ou alors s'agit-il d'une propagation de défauts présents dès l'instant initial ?

2. Quels sont les facteurs les plus influents sur le comportement en fatigue de l'assemblage collé ?

Connaître les sources et accélérateurs de fatigue de ces technologies collées permettra d'en caractériser le comportement et, par la suite, de fournir des éléments de dimensionnement.

3. Où se situe l'essai thermique de qualification au sol par rapport au vieillissement subi en orbite en termes d'impact sur la durée de vie d'un composant ?

L'essai de qualification a pour but d'accélérer les phénomènes liés au vieillissement thermique des reports. Encore faut-il que les mécanismes de fatigue activés avec la succession de chocs entre -55°C et 125°C soient les mêmes que ceux que génèrent la mission en orbite.

Deux groupes d'objectifs sont définis pour répondre à la problématique posée ci-avant et constituent les deux grandes parties de ce rapport.

I. Caractérisation de l'adhésif :

Caractériser le comportement de la colle en température et sous sollicitations cycliques doit permettre de détecter un éventuel endommagement de l'adhésif, sinon, de maîtriser les phénomènes non linéaires du matériau impliqués dans la défaillance. Cela inclut également la caractérisation de l'adhérence aux interfaces de collage pour pouvoir confronter les différents scénarii de défaillance possibles.

II. Caractérisation de l'assemblage :

Une fois que le matériau est entièrement caractérisé (fluage, plasticité, ténacité, etc.), il reste à identifier l'ensemble des phénomènes prenant place dans un assemblage et leur contribution éventuelle à un processus de dégradation de cet assemblage. A partir du mode de défaillance identifié, il sera possible d'évaluer la variable de fatigue caractéristique de l'assemblage et, par la suite, de caractériser son comportement en fatigue en fonction des conditions de cyclage thermique en étuve ou bien en orbite.

3. Etat-de-l'art

Dans le but d'aboutir à une démarche générale permettant de répondre à la problématique posée, un état-de-l'art des différents axes de recherche est détaillé dans cette partie. Il passe en revue les connaissances basiques sur les collages, les essais courants et enfin, les approches en fatigue déjà suivies pour la caractérisation de composants électroniques.

3.1. Généralités sur les collages

3.1.1. Théories de l'adhésion

Il n'existe pas de théorie universelle de l'adhésion. Plusieurs modèles sont cependant disponibles pour décrire les phénomènes responsables de l'adhésion [6], [3], [4], [7]. Aucune de ces théories n'explique l'adhésion à elle seule. Elles sont assez complémentaires. Certains auteurs tels que Kinloch ont même tenté d'unifier ces théories [8].

Ancrage mécanique

La théorie de l'ancrage mécanique est proposée par McBain et Hopkins en 1925 [9]. Elle consiste à dire que la liaison est due à un accrochage mécanique entre la colle et la surface des adhérents. La colle pénètre dans les nombreuses porosités ou autres irrégularités de surface et polymérise pour former plusieurs points d'ancrage.

Cette théorie avance le fait que l'adhérence augmente avec la rugosité de la surface tant qu'il n'y a pas de bulles d'air piégées. Il est aussi nécessaire que l'adhésif mouille parfaitement la surface pour s'infiltrer au maximum dans les aspérités de la surface.

Adhérence électrostatique

La théorie de l'établissement d'une liaison électrostatique entre deux solides en contact est proposée par Deryagin [10] et Skinner [11]. Ils avancent le fait que l'échange d'électrons lors du contact des deux surfaces génère une attraction électrostatique au même titre qu'un condensateur plan.

Diffusion

La théorie d'interdiffusion n'est applicable qu'aux matériaux polymères assemblés entre eux. Elle décrit les phénomènes de migration des chaînes macromoléculaires de chaque substrat pour réaliser la liaison [12].

Ce modèle ne permet pas de décrire les modes de défaillances d'un collage de composants céramiques.

Liaison chimique

Des liaisons covalentes ou ioniques sont possibles dans certains cas comme par exemple le collage d'une résine époxy sur une surface métallique. L'ajout d'un agent de couplage peut aussi permettre ce type de liaisons fortes [7].

Modèle thermodynamique ou théorie du mouillage

Ce dernier modèle est intéressant car il traite de l'importance du mouillage des surfaces à coller. Au contact de ces surfaces, l'adhésif établit des liaisons faibles telles que les liaisons de Van der Waals ou les liaisons acide-bases [13].

Ce modèle a l'avantage de pouvoir être exprimé à l'aide de bilans d'énergie de surface libre. Il traite très bien de l'importance du mouillage pour une bonne adhésion. Cependant, il ne permet pas de considérer l'adhésion totale obtenue lors du collage.

3.1.2. Caractéristiques importantes des adhésifs

Quelques précisions sur les adhésifs sont nécessaires pour la suite de l'étude. Les adhésifs possèdent des caractéristiques physico-chimiques qu'il est absolument nécessaire de prendre en compte dans leur utilisation.

La température de transition vitreuse ou Ta

La température de transition vitreuse correspond à la température frontière entre un état rigide, ou vitreux par analogie aux matériaux amorphes comme le verre qui possède ce type de comportement à froid, et un état plus visqueux, dit caoutchouteux, à haute température [14]. Cette transition se traduit par une forte évolution du module d'Young du polymère, de son facteur d'amortissement, de son volume spécifique et par extension de son coefficient de dilatation thermique (cf. Figure I-7).

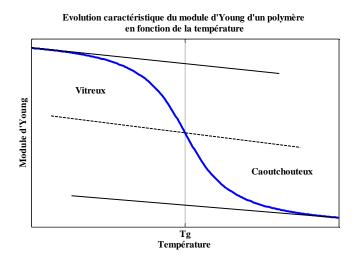


Figure I-7 : Variation du module d'Young avec la température

Un matériau à viscoélasticité variable

Le comportement de certains matériaux, en particulier les polymères, dépend des vitesses de sollicitation imposées. Il s'agit d'une viscosité provenant de la nature microscopique de la matière principalement due à l'enchevêtrement des chaînes carbonées dans le cas de matériaux organiques [14] comme illustré en Figure I-8.

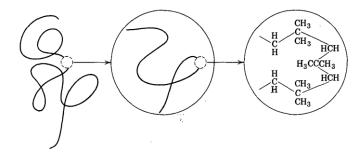


Figure I-8 : Mobilité macroscopique de chaînes organiques [14]

Lorsqu'un polymère est soumis à un chargement mécanique, sa réponse dépend du temps. Les vitesses de sollicitation ont un effet sur la raideur du matériau et l'état de charge du matériau. L'ensemble de ces phénomènes s'appelle la viscoélasticité.

3.1.3. Effets des différents types de sollicitations

En général, les assemblages collés sont soumis à deux types de sollicitations différents, et qui sont combinés la plupart du temps :

- l'environnement,
- et les sollicitations mécaniques.

Ces sollicitations peuvent être statiques ou bien cycliques. Dans les deux cas, elles ont un effet sur la durée de vie de l'assemblage.

<u>L'environnement thermo-hydrique</u>

Le premier type de sollicitations regroupe l'ensemble des paramètres environnementaux auxquels est exposé l'empilement et plus particulièrement l'adhésif. Un collage fait intervenir des phénomènes physico-chimiques sensibles à des variations atmosphériques telles que le taux d'humidité ou la température [15].

Les composants chimiques d'une colle peuvent réagir avec des solvants polaires comme l'eau. La migration d'eau dans le joint et aux interfaces peut mener ensuite à la ruine de l'assemblage par dégradation du réseau polymère. La Figure I-9 récapitule les modes de pénétration de l'eau dans un collage et notamment aux interfaces.

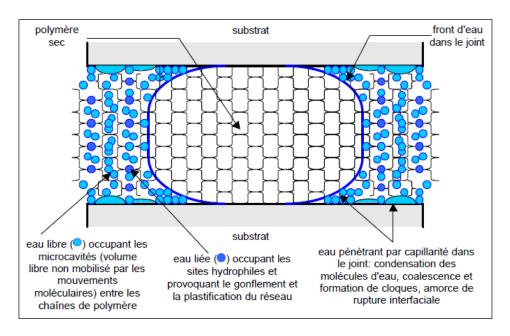


Figure I-9 : Récapitulatif des modes de pénétration de l'eau dans un assemblage collé [15]

La matrice époxy de l'adhésif peut se dégrader en présence d'humidité. Un modèle de Fick est couramment utilisé pour décrire ce phénomène [16]. Il est basé sur une équation différentielle spatio-temporelle relativement simple à implémenter dans les simulations numériques. Certains matériaux se comportent cependant différemment. La présence de certaines molécules, par exemple dans une résine époxy, modifie la dynamique de diffusion de l'eau [17]. Des auteurs [18] ont par exemple montré l'importance du modèle considéré dans le cas de composites de fibres de verre ou carbone. L'écart entre le modèle de Langmuir [19] et le modèle de Fick le plus important est calculé pendant le régime transitoire de l'absorption de l'humidité. En régime stationnaire, seule la géométrie semble déterminante sur les contraintes résiduelles locales.

Le phénomène d'absorption d'humidité dépend aussi de la température. Le couple taux d'humidité relative et température est donc pris en compte pendant des essais de vieillissement accéléré des matériaux. C'est le cas, par exemple pour un composite soumis à différents environnement entre vol subsonique et maintenance [20]. Prendre en compte la température élevée d'un vol subsonique dans les essais accélérés permet de mettre en évidence une dégradation du matériau qui se traduit par la chute de sa température de transition vitreuse (Tg) de plusieurs degrés. Ce mécanisme provient du passage à répétition ou du maintien sur le long terme de la température au-dessus de la Tg qui fournit l'énergie nécessaire au polymère pour réarranger ses chaînes.

La température de polymérisation est en général le seul paramètre pris en compte dans le calcul des contraintes résiduelles lors du refroidissement [21]. Cependant, les propriétés physico-chimiques de la résine dépendent aussi de la polymérisation et peuvent être responsable de l'apparition de contraintes résiduelles. Le retrait de la colle, la température de transition vitreuse et le point de gel sont autant de propriétés à prendre en compte en fonction de la polymérisation de la résine dans le calcul de contraintes résiduelles [22].

Les effets des sollicitations mécaniques

Le second type de chargement à considérer regroupe l'ensemble des contraintes et déformations subies par l'assemblage en service. Les effets des sollicitations mécaniques cycliques peuvent aussi bien se situer dans le joint qu'aux interfaces de collage. Il existe 2 approches bien différentes pour traiter de ces effets :

- L'endommagement,
- La fissuration.

Le premier point traite de la dégradation des propriétés de l'adhésif soumis à un chargement. L'endommagement est défini par le formalisme de Lemaitre et Chaboche [23] comme une variable interne au système qui traduit l'évolution thermodynamique irréversible de la mesure en nombre et en taille de défauts, micro fissures ou cavités présents dans un volume élémentaire représentatif (ou VER). Il est possible de modéliser l'endommagement de différentes façons en fonction du chargement ou des phénomènes à reproduire [24].

En général l'endommagement diminue les propriétés mécaniques du matériau. Une variable d'endommagement est définie et participe, suivant les modélisations, à la dégradation du module d'Young du matériau ou encore à la modification du critère de rupture. L'accumulation linéaire d'endommagement de Palmgren-Miner pour des chargements cycliques [25], [26], [27] et [28], permet d'exprimer cet endommagement en fonction d'un nombre de cycles. Une durée de vie est alors attribuée au système en fonction de l'amplitude des sollicitations (amplitude de déformation plastique ou de contraintes dans la plupart des cas).

La fissuration est une approche totalement différente. Elle fait intervenir un bilan énergétique local qui implique ou non la création de surfaces libres supplémentaires au sein du matériau [29]. Cette approche utilise la mécanique de la rupture abordée dans la suite. Elle peut être utile dans l'étude des collages quand les procédés de fabrication favorisent la présence de défauts et autres départs de fissure qui peuvent mener à la ruine du système.

Salem caractérise la tenue d'un adhésif structural pour application spatiale en tenant compte de ces deux approches : l'endommagement et la mécanique de la rupture [30]. Il opte cependant pour la seconde et mène une campagne d'essais DCB, ENF et de mode mixte.

3.2. Essais de caractérisation

Les essais de caractérisation d'un adhésif peuvent être divisés en deux groupes :

Les essais sur éprouvettes d'adhésif massique.

L'adhésif est considéré comme un matériau polymère. Sa caractérisation cible le comportement réel de l'adhésif et des phénomènes de cohésion, mais ignore totalement les phénomènes d'adhésion prenant place aux interfaces de l'assemblage. Le rôle de ces derniers, et notamment celui des interphases, est négligé dans le comportement final de l'adhésif.

Les essais sur assemblages collés.

L'éprouvette est représentative de l'assemblage dans son intégralité. Les interfaces de collage, l'adhésif et les préparations des surfaces sont pris en compte dans la caractérisation du

comportement. Cependant, il est très difficile d'établir une séparation claire entre les phénomènes d'adhésion et de cohésion dans l'analyse du comportement de cet ensemble.

3.2.1. Essais sur éprouvettes d'adhésif

Essais de sollicitations monotones

Dans le domaine du collage structural, l'essai de traction uniaxiale est utilisé pour caractériser le comportement intrinsèque de l'adhésif [31]. L'essai est défini dans la norme NF EN ISO 527 qui définit les éprouvettes haltères adaptées. Les éprouvettes sont en général moulées comme le fait Bourgeois [32] qui caractérise un adhésif à base époxy de cette façon.

Des essais de compression sur éprouvettes cubiques (NF T2651-101) ou cylindriques (ASTM D695) permettent de caractériser le comportement de l'adhésif face à un chargement hydrostatique. La compression peut avoir une influence importante sur les performances d'un adhésif.

Le même type d'éprouvette peut-être testée en torsion pour mesurer la résistance en cisaillement de l'adhésif. Comme pour les essais de compression, cela nécessite un usinage délicat des volumes d'adhésif pour obtenir une éprouvette régulière. L'essai Arcan [33], lui, permet d'appliquer un cisaillement pur et uniforme à une éprouvette entaillée comme illustré en Figure I-10 [34].

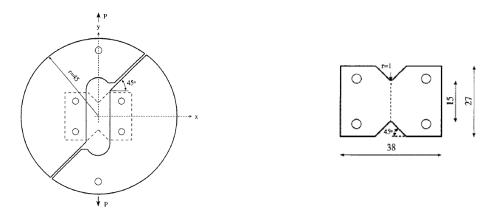


Figure I-10 : Eprouvette entaillée montée sur un dispositif Arcan [34]

Essais de fluage - relaxation

A partir des moyens d'essais de sollicitation monotone, il est possible de caractériser le comportement viscoélastique d'un polymère en le maintenant sous une charge constante au cours du temps [14].

L'essai de fluage consiste à appliquer un échelon de contrainte à l'éprouvette. Le niveau de charge est maintenu tout au long de l'essai pendant lequel l'allongement est mesuré. L'éprouvette flue de manière à s'accommoder au chargement. Elle tend vers un état stationnaire à une valeur caractéristique de déformation du matériau comme visible sur la Figure I-11. L'éprouvette recouvre progressivement sa forme initiale une fois le chargement interrompu : c'est la recouvrance.

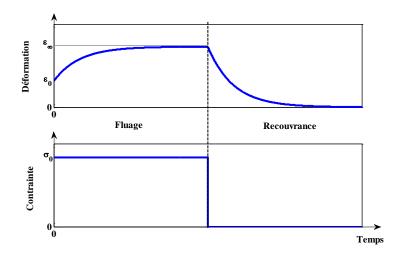


Figure I-11 : Courbes des contraintes et déformations en fonction du temps d'un essai de fluage et recouvrance

Lorsque la déformation d'une éprouvette est maintenue constante au cours du temps, il s'agit d'un essai de relaxation. Les contraintes générées de manière instantanée à l'échelon de déformation sont relaxées jusqu'à atteindre un état stationnaire. Un essai comparable à la recouvrance consiste ensuite à ramener l'éprouvette à déformation nulle. Elle se retrouve en compression et relaxe ses contraintes jusqu'à son état initial : c'est l'effacement (cf. Figure I-12).

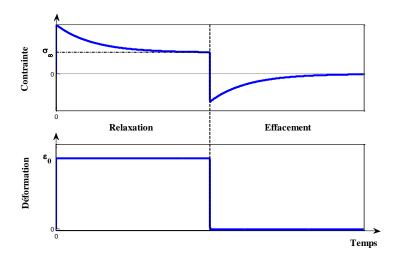


Figure I-12 : Courbes des contraintes et déformations en fonction du temps d'un essai de relaxation et d'effacement

Les essais statiques ont l'avantage d'être simples à réaliser mais la durée importante de ces essais est souvent un problème. De plus, l'interprétation des essais nécessite de considérer au préalable un modèle viscoélastique du matériau tel que Maxwell ou bien Voigt [14].

Analyse Dynamique Mécanique (DMA)

L'analyse dynamique mécanique consiste à caractériser la viscoélasticité de ces matériaux à l'aide d'un chargement oscillatoire comme défini dans la norme ISO 6721. L'objectif est de mesurer le

déphasage qui existe dans la réponse du matériau face à une excitation spécifique. Un effort sinusoïdal est appliqué à un échantillon tandis qu'un capteur de déplacement mesure la réponse déphasée du matériau cf. Figure I-13.

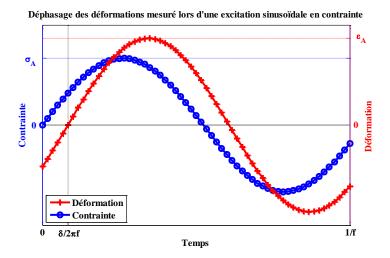


Figure I-13 : Déphasage des contraintes et déformations constaté sur les matériaux viscoélastique sous sollicitation dynamique

 $f=\omega/2\pi$ est la fréquence d'excitation, σ_A et ϵ_A sont les amplitudes des contraintes et déformations oscillatoires qui s'écrivent dans le plan complexe de la façon suivante :

$$\sigma(t) = \sigma_A e^{i\omega t}$$

$$\epsilon(t) = \epsilon_A e^{i(\omega t - \delta)}$$
(I-1)

Avec δ l'angle de phase de la réponse du matériau viscoélastique.

La relation entre les deux mesures sinusoïdales fait intervenir la notion de module complexe :

$$\sigma(t) = E^* \epsilon(t)$$
 (I-2)
$$E^* = E' + i E''$$

E' est le module de conservation du matériau correspondant à sa rigidité élastique. Il est proportionnel à l'énergie emmagasinée sur un cycle. E'' est le module de perte correspondant à la partie visqueuse du matériau. Il est proportionnel à l'énergie dissipée en un cycle.

L'amortissement global est caractérisé par une grandeur appelée facteur de perte du matériau. Il est obtenu par la relation :

$$\tan \delta = \frac{E'}{E''} \tag{I-3}$$

La norme ISO 6721 recommande d'effectuer ces essais sur de petites amplitudes pour rester dans le cadre d'un matériau purement viscoélastique. Différentes géométries d'éprouvettes en fonction de la nature de l'essai (traction ou compression uniaxiale, cisaillement, flexion) sont recommandées pour cette échelle de sollicitations. Dans le cas de la traction uniaxiale, l'essai le plus fréquent et le plus simple à mettre en œuvre, les éprouvettes sont des barreaux parallélépipédiques.

3.2.2. Essais sur assemblages collés

Essais de cisaillement

L'essai de cisaillement souvent privilégié pour la caractérisation d'adhésif en situation d'assemblage, est l'essai simple recouvrement (ou SLS pour Single Lap Shear). Encadré par la norme ASTM D1002, ces essais ont le désavantage d'appliquer un chargement complexe au joint. Pour un niveau de charge important, les adhérents fléchissent et le collage présente une part importante d'arrachement aux extrémités de recouvrement.

Le traitement de ces essais est, par conséquent, compliqué et souvent tributaire du modèle analytique retenu (par exemple modèle de Volkersen [35]) ou encore du maillage éléments finis utilisé comme constaté par Harris [36].

Des adaptations de l'essai de cisaillement sont couramment utilisées pour déterminer plus efficacement la résistance au cisaillement d'un assemblage collé. L'essai TAST pour Thick Adherend Shear Test, est conçu par Krieger [37] pour limiter la flexion de l'essai simple recouvrement et ainsi charger le joint uniformément. La norme ASTM D3983 encadre cet essai dont la géométrie est donnée en Figure I-14

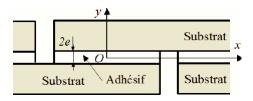


Figure I-14 : Géométrie d'une éprouvette TAST

L'essai double cisaillement (ou DLS pour Double Lap Shear) constitue une autre alternative pour éliminer la flexion parasite de l'essai de cisaillement initial. L'avantage de cet essai est sa symétrie. En revanche, la finesse d'alignement nécessaire pour réaliser l'essai correctement le rendent relativement lourd à réaliser.

Essais de traction et torsion sur assemblages

Des essais de traction et de torsion existent sur éprouvettes cylindriques et tubulaires. Bruneaux [15] a recours à ces essais pour la caractérisation d'un adhésif structural. Les éprouvettes tubulaires ont l'avantage de faciliter le contrôle de la coaxialité des deux tubes encollés. De cette façon la variation d'épaisseur de joint dans le plan de collage est fortement réduite et n'est effective que sur une petite surface en comparaison à deux demi-cylindres collés. Les deux éprouvettes ne sont pas désaxées lors de la montée en effort qui peut se faire par l'intermédiaire de deux rotules (cf Figure I-15) et le chargement est homogène.



Figure I-15: Eprouvette tubulaire pour essai de traction [15]

Les éprouvettes tubulaires sont aussi utilisées pour des essais de torsions. D'après Bourgeois [32], cette géométrie permet de limiter les effets de bord et d'obtenir un cisaillement pur en faisant l'hypothèse que le rayon de courbure du périmètre collé est suffisamment petit pour considérer un champ de cisaillement uniforme dans la direction radiale du joint

Essais multi-axiaux

L'essai Arcan vu précédemment est aussi utilisé sur des assemblages collés. Il permet d'appliquer un chargement combiné de cisaillement et d'arrachement. Cognard [38] propose un dispositif d'accroche des éprouvettes sur les doubles disques support pour appliquer la charge le plus uniformément possible sur le collage. (cf. Figure I-16).

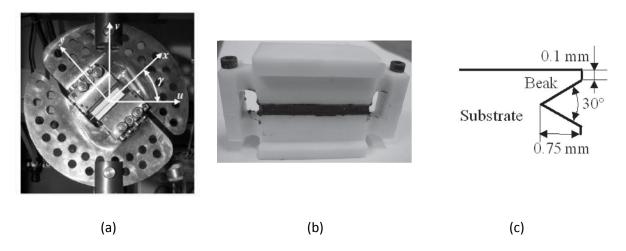


Figure I-16: Modifications de l'essai Arcan (a) pour le chargement combiné traction/cisaillement d'un assemblage collé (b) munis de becs (c) [38], [39]

Toujours dans le but d'éliminer les effets de bord, Leguillon [40], Cognard et Créac'hcadec [41], [42] proposent de créer des becs aux bords de l'éprouvette. Cet essai vise une rupture cohésive de l'assemblage. Les joints sont épais et caractérisés pour une application structurale. Le collage de composants céramiques s'écarte de ce domaine par sa géométrie, son chargement complexe et surtout l'influence des interfaces de collage. De plus le banc expérimental et les contraintes de réalisation des éprouvettes, notamment pour l'usinage des becs de cet essai Arcan, peuvent être relativement lourds. L'essai requis dans cette thèse doit servir à une caractérisation préliminaire de la colle conductrice pour une étude orientée davantage sur l'assemblage.

Essais de pelage

La résistance au pelage est une autre technique de caractérisation de l'adhérence d'une colle. Cela nécessite qu'au moins un des substrats soit flexible. Le matériau flexible est arraché de l'assemblage suivant un certain angle, le plus souvent 90° ou 180°. Dans le cas de deux substrats souples, on parle de pelage en T.

Les normes NF EN 2243-2 et NF EN 28150-1 décrivent les méthodes de mesure de la résistance au pelage d'un adhésif [43]. Ce n'est pas applicable au cas de report d'un matériau céramique sur un métallique, les deux matériaux étant très rigides.

Essais sur composants électroniques

Plusieurs travaux proposent des essais mécaniques pour la caractérisation de la résistance des reports de composants.

L'essai Die Shear (ou cisaillement de puce) rencontre un certain succès pour la caractérisation de composants brasés ou collés. Il est aussi l'un des moyens d'essai de composants en mode II recommandé par l'ESA. Dusek [44] propose d'utiliser cet essai pour la caractérisation de la durée de vie de joints brasés. Il fait l'hypothèse que la perte des performances de l'assemblage peut être mesurée mécaniquement par un essai de tenue résiduelle après vieillissement thermique (cf. Figure I-17).

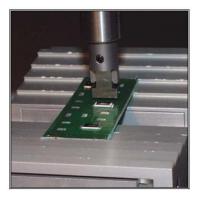


Figure I-17 : Essai de Die Shear utilisé comme essai équivalent de fatigue [44]

Les travaux de Khatibi [45] proposent une modification de l'essai Die Shear pour résoudre le problème de mixité du chargement. Il limite les sollicitations en mode I pour un cisaillement pur du composant à l'aide du montage schématisé en Figure I-18.

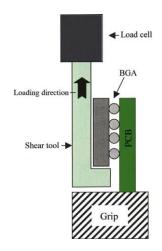


Figure I-18 : Essai de cisaillement pur des composants brasés [45]

D.J. Xie [46] a recours à un essai de traction du support d'un report de puce par brasage. L'auteur reproduit ainsi les phénomènes de fluage présents au cours d'un essai thermique en étuve. La Figure I-19 montre le type de chargement appliqué à l'éprouvette munie d'un suivi électrique de la résistance électrique du brasage.

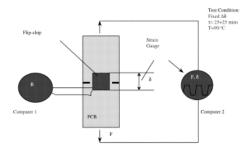


Figure I-19: Traction du support pour la caractérisation du chargement d'un report [46]

Adapter cet essai au report d'une alumine collée sur Kovar peut poser problème de par la raideur du support. De plus, la mesure de la résistance d'un joint de colle (surtout conducteur électrique) n'est pas aussi directe que dans le cas d'un circuit de plots de brasure (daisy-chain).

Rizvi [47] étudie le chargement d'un composant lorsque son support est soumis à une flexion 3 points de fermeture ou d'ouverture (cf. Figure I-20). Les bords de l'assemblage sont sollicités en cisaillement de manière prépondérante. Cependant, il y aussi un mode I conséquent qui pose problème à Jesudoss [48] pour le suivi par résistance électrique. Il propose à la place de réaliser un essai de flexion vers l'intérieur ou de fermeture pour garder le contact électrique aux interfaces en permanence.



Figure I-20 : Essai de flexion du support en ouverture (a) et fermeture (b) [48]

Cet essai peut s'avérer intéressant pour le cas d'étude considéré. L'essai de flexion en mode mixte pourrait reproduire des sollicitations mécaniques proches de celle générées par un bilame en étuve. Une étude plus approfondie de cet essai est proposée dans le dernier chapitre.

3.3. La mécanique linéaire de la rupture

Dans le cadre de la mécanique linéaire de la rupture, les matériaux sont considérés élastiques. La propagation de fissure est fragile et indépendante du temps [49]. Deux approches existent, une approche en contraintes et une approche énergétique [23].

3.3.1. Approche en contraintes

Williams établit l'expression des champs de contraintes en tête de fissure en 1957 pour un matériau parfaitement élastique sous chargement statique. Pour un problème repéré en coordonnées cylindriques avec l'origine en pointe de fissure de longueur a (cf. Figure I-21), l'expression des contraintes est la suivante :

$$\sigma(r,\theta) = \frac{K_i}{\sqrt{r}} f(\theta) \tag{I-4}$$

où i désigne le mode d'ouverture de la fissure représenté en Figure I-22, K_i est le facteur d'intensité de contrainte qui dépend du chargement et de la géométrie du matériau et f est fonction de l'angle θ .

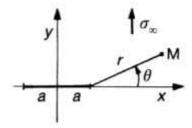


Figure I-21 : Repère cylindrique en pointe de fissure

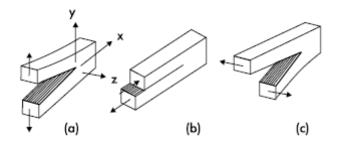


Figure I-22 : Modes de déplacement des surfaces de la fissure (a) Mode I ouverture (b) Mode II cissaillement (c) Mode III vissage [50]

Pour un chargement en traction noté σ_{∞} normale à une fissure de demi longueur a, le facteur d'intensité de contrainte est défini par :

$$K_I = \sigma_{\infty} \sqrt{\pi a}$$
 (I-5)

Irwin suppose alors qu'il y a propagation de fissure lorsque le facteur d'intensité de contrainte dépasse une valeur limite noté K_{Ic} et intrinsèque au matériau [51].

D'après la définition du champ de contraintes de l'équation (I-4), il y a divergence lorsque r tend vers zéro. C'est l'inconvénient majeur de cette approche locale qui peut être contourné par une approche énergétique globale [15].

3.3.2. Approche énergétique

Griffith postule que la rupture d'un matériau peut être décrite par une variable indépendante de la géométrie et propre à ce matériau [29]. Il commence par montrer que l'énergie potentielle macroscopique du système varie avec la surface fissurée [29].

Le bilan énergétique pour une propagation de fissure est le suivant :

$$dU_{total} = dW_{ext} - dU_e - dU_c - 2\gamma dA$$
 (I-6)

avec U_{total} l'énergie totale du système, W_{ext} le travail des forces extérieures appliquées lors de l'avancée de fissure, U_e l'énergie de déformation élastique emmagasinée par le système, U_c l'énergie cinétique, dA = Bda la variation de surface pendant l'avancée de fissure d'une longueur da sur toute la largeur de l'éprouvette B et γ l'énergie superficielle de cohésion du matériau.

 $\Pi = U_e - W_{ext}$ est l'énergie potentielle stockée par le système. C'est l'énergie disponible pour la propagation de fissure. Le terme G est introduit pour représenter cette énergie par unité de surface.

$$G = -\frac{d\Pi}{dA} \tag{I-7}$$

L'énergie nécessaire à la propagation de fissure est l'énergie requise pour la création de deux surfaces libres unitaires soit 2γ . Lorsque G atteint cette valeur il y a propagation :

$$\begin{cases} G < 2\gamma \Rightarrow i = 0 \\ G \geqslant 2\gamma \Rightarrow i > 0 \end{cases}$$
 (I-8)

Si i est nul alors il n'y a pas propagation de fissure, et inversement si i est positif. Soit G_c le taux d'énergie critique prenant en compte la création de surfaces et les frottements irréversibles lors de l'ouverture, le critère est modifié comme suit :

$$\begin{cases}
G < G_c \Rightarrow i = 0 \\
G \geqslant G_c \Rightarrow i > 0
\end{cases}$$
(I-9)

De la même façon que pour l'expression du facteur d'intensité de contrainte, on peut distinguer le taux de restitution à rupture en fonction du mode d'ouverture, noté G_{Ic} pour le mode I par exemple. Lorsque $\frac{dU_c}{dA}>0$, la propagation est instable et l'excès d'énergie est dépensé en énergie cinématique au front de fissure.

Dans le cas de matériaux à élasticité linéaire, les contraintes résiduelles sont négligées d'un point de vue thermodynamique. Cela signifie que la décharge élastique est linéaire et que le taux de restitution d'énergie est directement lié à la raideur du système [23].

Il est donc possible d'obtenir le taux de restitution à rupture expérimentalement. Une éprouvette préalablement fissurée est soumise à un chargement d'ouverture. L'effort est mesuré en fonction de l'ouverture et la longueur de fissure. La valeur du paramètre de Griffith est alors accessible en considérant la chute de raideur de l'éprouvette.

3.3.3. Essais usuels

DCB (Double Cantilever Beam)

L'essai de double poutre encastrée permet la caractérisation de la propagation de fissure en mode I. La Figure I-23 présente la géométrie d'une éprouvette DCB soumis à un effort d'ouverture P.

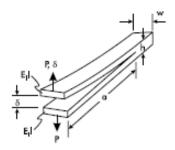


Figure I-23 : Schéma d'un essai DCB mode I [50]

Le taux de restitution d'énergie en mode I peut être exprimé en fonction de la longueur de fissure suivant l'équation d'Irwin-Kies :

$$G_I = \frac{P^2}{2w} \frac{dC}{da} \tag{I-10}$$

Où w est la largeur des poutres collées, a est la longueur de fissure, C la complaisance de l'assemblage défini par :

$$C = \frac{\delta}{P} \tag{I-11}$$

Où δ est l'ouverture.

D'après la théorie des poutres :

$$\delta = \frac{2Pa^3}{3EI} \tag{I-12}$$

E est le module d'Young de la poutre et I son moment quadratique, tel que :

$$I = \frac{wh^3}{12} \tag{I-13}$$

Où h est l'épaisseur de la poutre.

Par substitution, l'équation (I-14) permettra d'obtenir le taux de restitution d'énergie en mode I qui caractérise la résistance de l'adhésif à un effort d'ouverture.

$$G_I = \frac{12P^2a^2}{w^2h^3E}$$
 (I-14)

Il suffit d'attribuer un couple effort – déplacement à chaque incrément de la longueur de fissure pendant l'essai pour obtenir une valeur du G_{Ic} caractéristique du matériau.

ENF (End Notched Flexure test)

L'essai ENF permet d'évaluer le G_{IIc} . La géométrie de l'éprouvette est donnée en Figure I-24.

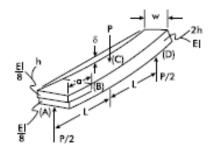


Figure I-24 : Schéma d'un essai ENF [50]

Cet essai est aussi basé sur la variation de complaisance. Un effort est appliqué au centre de l'éprouvette jusqu'à propagation de la fissure. La valeur du G_{II} est calculée par :

$$G_{II} = \frac{9a^2 P_c^2 C_1}{2w \left(2L^3 + 3a^3\right)}$$

$$a = \left[\frac{C_1}{\delta} a_0^3 + \frac{2}{3} \left(\frac{C_1}{C_0} - 1\right) L^3\right]^{1/3}$$
(I-15)

Avec C_0 la complaisance initiale de l'éprouvette, C_1 la complaisance de l'éprouvette à effort maximum, a la longueur de fissure initiale [52].

La propagation est instable pour ce type d'essai. Il est nécessaire d'utiliser plusieurs éprouvettes ayant des longueurs de fissure différentes pour obtenir une approximation du G_{Hc} .

3.4. Le dimensionnement en fatigue

3.4.1. Domaines de fatigue

La fatigue est l'endommagement et la rupture d'un matériau soumis à un chargement cyclique inférieur au chargement critique du matériau [53]. Ce terme désignait au départ les changements des propriétés des matériaux métalliques qui peuvent être dû à l'application répétée de contraintes et déformations. Mais il désigne aussi les mécanismes d'endommagement qui en résultent jusqu'à rupture. Cette description de la fatigue est en général aussi admise pour les matériaux non métalliques [53] :

- une déformation non inélastique locale se produit autour d'un défaut ou d'une singularité géométrique et cause la nucléation de dommages permanents ;
- une fissure s'amorce due à la coalescence de microfissures à chaque cycle ;
- la fissure se propage de manière stable sur plusieurs cycles ;
- la rupture brutale du matériau survient pour un chargement n'ayant jamais dépassé la limite à rupture.

Le domaine de fatigue oligocyclique (ou d'endurance limitée) correspond à un niveau de sollicitation suffisamment élevé pour obtenir une rupture du système après un nombre de cycles réduit. Lemaitre [23] propose une limite du domaine oligocyclique égale à 10⁵ cycles. Au-delà, le domaine de fatigue est appelé polycyclique et correspond au domaine d'endurance du matériau pour des niveaux de sollicitation plus faibles.

3.4.2. Outils de prédiction

Courbes de Wöhler

Les premiers travaux sur la fatigue de matériaux métalliques ont montrés que la durée de vie totale d'un système, qui inclue initiation, propagation et rupture, peut être identifiée par des lois simples. Dans le domaine oligocyclique, Wöhler [23] établit une relation logarithmique entre l'amplitude d'effort cyclé et le nombre de cycles à rupture de la forme :

$$\ln(N) = a - b\ln(S) \tag{I-16}$$

où a et b sont des constantes caractéristiques du matériau.

Wöhler est le premier à proposer des courbes maîtresses appelées courbes S/N ou courbes de Wöhler dont les coefficients sont déterminés expérimentalement après de lourdes et onéreuses campagnes d'essais de fatigue [23].

Chaque courbe est propre à un matériau et à son mécanisme d'endommagement prépondérant. De nouvelles courbes de Wöhler doivent être tracées pour des conditions expérimentales différentes. La température et la fréquence de chargement peuvent influencer le comportement en fatigue du matériau [54].

Loi de Coffin-Manson

Dans le domaine oligocyclique de fatigue des matériaux métalliques, le niveau des sollicitations est supérieur à la limite d'élasticité du matériau. Il y a accumulation de déformation plastique à chaque cycle. Coffin et Manson proposent alors une théorie de fatigue en prenant la déformation plastique comme paramètre d'endommagement [55]. Ainsi toujours suivant une approche de calcul de durée de vie totale, il est possible de déterminer un nombre de cycles à rupture du matériau en fonction de l'amplitude de déformation plastique à l'aide de l'équation (I-17).

$$\ln(N) = a - b \ln(\Delta \epsilon_p) \tag{I-17}$$

Ce qui est plus connu aujourd'hui comme la loi Coffin-Manson :

$$N = C\Delta \epsilon_p^{-b} \tag{I-18}$$

C et b sont des coefficients déterminés expérimentalement. Coffin affirme que l'exposant du nombre de cycles à rupture est universel et égal à -1/2 pour les métalliques [56].

Cette loi est initialement définie pour le calcul de résistance à la fatigue mécanique d'éprouvettes métalliques sous chargement uniaxial. Des essais comparatifs sont réalisés entre un cyclage mécanique à température constante et un cyclage thermique de spécimens contraints [57]. D'après Manson et Coffin, des concentrations de contraintes supplémentaires lors des essais de fatigue thermique ne permettent pas de caractériser la résistance en fatigue d'un matériau avec un simple cyclage mécanique isotherme.

Cependant, dans le cas de matériaux ductiles comme les métalliques, les courbes obtenues à l'aide de l'équation (I-17) sont parallèles pour une température moyenne du cycle thermique égale à la température isotherme des essais de fatigue mécanique [56]. Cela signifie que la loi donnée en équation (I-18) reste valide par homothétie pour des essais de cyclage thermique. L'équation (I-19) est aujourd'hui largement utilisée pour le calcul de durée de vie à des températures suffisamment élevées pour introduire une déformation plastique du matériau.

$$N = C'\Delta T^{-b} \tag{I-19}$$

D'après Johnson [58], le comportement en fatigue des polymères dans le domaine oligocyclique peut être décrit à l'aide d'une équation du type de celle de Coffin-Manson. Les résultats d'essai montrent une certaine cohérence de ces matériaux face à la fatigue bien qu'étant davantage sensibles aux effets de fluage.

Modification de Norris-Landzberg pour les brasures

Norris et Landzberg reprennent l'équation de Coffin-Manson pour l'adapter à la brasure. En l'état la loi de Coffin-Manson est trop conservatrice pour ce type de systèmes [59]. Un modèle de fatigue pour brasure doit prendre en compte les effets de relaxation et de fluage. C'est aussi l'avis de Darveaux dans ses travaux sur les brasures tendres [60], [61].

Pour prendre en compte la dépendance en temps et température du joint de brasure, la modification apportée à la loi de Coffin-Manson consiste à considérer la fréquence du chargement munie d'un exposant empirique supplémentaire. La formulation aboutie à la loi de Norris-Landzberg donnée en équation (I-20). L'effet de température maximale est aussi introduit à l'aide d'une loi d'Arrhenius pour traduire l'activation du fluage.

$$N = C f^n \Delta \epsilon \ e^{\frac{-E_a}{kT_{max}}} \tag{I-20}$$

Avec C et n des coefficients empiriques, f fréquence de chargement, $\Delta\epsilon$ la déformation totale, E_a l'énergie d'activation expérimentale, k la constante de Boltzmann et T_{max} la température maximale d'un cycle.

Il est à noter que cette loi de fatigue n'a de sens que pour des effets de fluage et de relaxation significatifs. La loi de Coffin-Manson est suffisante pour des températures plus faibles.

Formule de Engelmaier

Engelmaier s'intéresse aussi à la résistance en fatigue des interconnections électroniques [62] et [63]. Il propose une autre modification de la loi de Coffin-Manson pour les brasures en y incluant leur géométrie et leur probabilité de rupture via une distribution de Weibull. La formulation de sa loi de fatigue est :

$$N_f(x\%) = \frac{1}{2} \left[\frac{F}{2\epsilon_f} \frac{L_D \Delta \alpha \Delta T_\epsilon}{h} \right]^{\frac{1}{c}} \left[\frac{\ln(1 - 0.01x)}{\ln(0.5)} \right]^{\frac{1}{\beta}}$$
 (I-21)

Avec c l'exposant de résistance à la fatigue, ϵ_f coefficient de résistance à la fatigue, F coefficient dépendant de la géométrie de la brasure, h hauteur du joint de brasure, L_D la demi-largeur de la brasure, N_f le nombres de cycles à x% de probabilité de rupture, Δa la différence des coefficients de dilatation thermique des adhérents, ΔT l'amplitude de température et β le paramètre de Weibull.

3.4.3. Approches spécifiques à la fatigue des composants collés

Peu de références traitent de la caractérisation en fatigue de composants électroniques reportés par collage. Les études les plus intéressantes adoptent deux approches bien différentes : la fatigue dépend de l'adhésif ou bien de l'interface.

Les travaux de Rusanen [64] portent sur la caractérisation en fatigue de composants collés à l'aide d'un adhésif conducteur isotrope. La modélisation de l'assemblage est réalisée de manière macroscopique à l'aide d'un élément de Maxwell pour prendre en compte la relaxation des contraintes dans le joint. La même approche est adoptée par différents auteurs [65], [66] et [67]. Cela permet d'éviter de surestimer les niveaux de contraintes dans le joint et de bien identifier les courbes à hystérésis dans le plan $(\sigma - \varepsilon)$.

La déformation de fluage pour un cycle de charge donné est alors utilisée pour calculer un estimateur de durée de vie [68]. En parallèle, l'auteur identifie une distribution de Weibull aux ruptures détectées par « daisy chain » lors d'une campagne de fatigue de composants collés. Une loi de Coffin-Manson est proposée en prenant l'amplitude de déformation de fluage calculée par l'élément de Maxwell :

$$N_{f50} = C \left(\Delta \gamma\right)^{\eta} \tag{I-22}$$

Pour un adhésif chargé possédant une complaisance de 5.10^{-9} 1/Pa.s en dessous Tg et de 5.10^{-13} 1/Pa.s au-dessus, les coefficients recalés sont C=97.5 et $\eta=-1.15$. Cet exposant est évalué à environ -2 pour les brasures. Rusanen conclut donc que la durée de vie des adhésifs conducteurs isotropes semble moins sensible au fluage que celle des brasures.

Ces exemples montrent la possibilité de développer une loi de fatigue propre à une solution de report particulière dans un environnement thermique cyclique. On retrouve dans chaque cas, les coefficients empiriques issus d'importantes campagnes d'essais de fatigue et les facteurs de corrections définis en fonction de la technologie à caractériser. Il est toutefois nécessaire de formuler

des hypothèses sur l'origine de la fatigue : accumulation d'endommagement par déformation inélastique ou propagation de défauts.

3.4.4. Propagation de fissure

Il existe deux approches permettant de représenter la résistance à la fissuration en fatigue d'un matériau. La première traite des seuils de propagation de fissure en fatigue, l'autre de la vitesse de propagation en fonction du chargement.

Le seul de propagation est caractérisée à l'aide d'une courbe G-N encadrée par la norme ASTM 6115-97 sur le seuil de propagation de délaminage en mode I des composites. Elle exprime le taux de restitution d'énergie maximum ou bien l'amplitude dans le cas d'un rapport de charge non nul par exemple, au nombre de cycles à partir duquel une fissure commence de propager.

La partie propagation est traitée à l'aide de la loi de Paris. A partir de l'expression du champ de contraintes en pointe de fissure de l'équation (I-5), il est possible de calculer l'amplitude de variation du facteur d'intensité de contrainte ΔK au cours d'un cycle [53].

$$\Delta K = \sigma_{max} \sqrt{\pi a} - \sigma_{min} \sqrt{\pi a} = \Delta \sigma \sqrt{\pi a}$$
 (I-23)

Paris propose en 1963 une loi empirique décrivant l'avancée de fissure pour un chargement cyclique [69] :

$$\frac{da}{dN} = C \left(\Delta K\right)^m \tag{I-24}$$

où C et m sont intrinsèques au matériau.

4. Bilan

Les essais sur assemblages collés impliquent tous de lourdes préparations d'échantillons, des moyens conséquents en plus de conditions expérimentales contraignantes. De plus, aucun des deux adhérents considérés dans le cas d'étude (alumine et Kovar), n'est facilement usinable et suffisamment disponible. C'est pourquoi la caractérisation de l'adhésif sera réalisée à partir d'éprouvettes de colle massique et non sur assemblages collés.

Cependant, les interfaces de collage ne peuvent pas être totalement ignorées. L'approche la plus adaptée pour traiter des problèmes d'interface et caractériser la tenue de la colle sur le Kovar et le composant d'alumine est la mécanique de la rupture. Cela permettra d'aborder les problèmes de rupture adhésive constatés par Thales Alenia Space, ainsi que de prendre en compte les multiples défauts inhérents au procédé de collage.

Les outils de dimensionnement en fatigue présentés dans l'état-de-l'art portent soit sur la durée de vie totale de l'assemblage, soit sur l'amorçage puis la propagation de fissure. Des approches différentes de caractérisation en fatigue ont été proposées pour les brasures mais relativement peu de travaux concernent le report de composants par collage. Un essai alternatif de flexion en mode mixte a été présenté. Il sera préféré à l'essai de traction du support dans la partie caractérisation en fatigue des collages.

CHAPITRE II. CARACTERISATION DU MATERIAU ADHESIF

1. Introduction

La colle conductrice isotrope 84-1 LMI SR4 est un adhésif à base époxyde contenant des microparticules d'argent. Ses propriétés mécaniques principales sont nécessaires pour de futures simulations de l'assemblage. Il est aussi important de caractériser les phénomènes non linéaires qui s'établissent dans l'adhésif et susceptibles d'être impliqués dans la fatigue de l'assemblage.

La caractérisation de l'adhésif débute par la réalisation d'essais de traction monotone détaillés en annexe A.1. Les difficultés et défauts constatés lors de cette campagne préliminaire mènent à la définition de nouvelles éprouvettes de taille plus réduite. La caractérisation des phénomènes visqueux sont présentés en première partie. Les résultats justifient le recours à un modèle de matériau élasto viscoplastique : le modèle Two-Layers est identifié à l'aide d'essais cyclés spécifiques en seconde partie.

2. Essais de caractérisation viscoélastique

2.1. Réalisation des éprouvettes de colle

2.1.1. Moulage de plaques fines

Les éprouvettes sont réalisées à l'aide d'un empilement d'intercalaires en silicone. Celui du milieu forme une empreinte carrée de 5cm de côté. La colle est injectée à l'aide d'une seringue sur le côté du moule. Une fine plaque de colle est obtenue au démoulage.

La Figure II-1 montre les scans RX (à droite) de plaques de colle injectée dans l'empreinte de 0.5mm d'épaisseur (à gauche). Aucune porosité comparable à celles observées dans le cas d'éprouvettes haltères plus massives n'est visible. De petites fissures sont présentes sur les bords. Cela peut s'expliquer par un refroidissement plus rapide aux bords du moule où s'établissent d'importants gradients de température et par le retrait de la colle.





Figure II-1 : Clichés RX des plaques fines de colle

2.1.2. Découpe des allumettes de colle

Les éprouvettes ont pour dimensions 30x1mm². Elles sont découpées par fraisage numérique dans de fines plaques de colle moulées de différentes épaisseurs de 0.1 à 0.5mm. Des clichés de contrôle aux rayons X permettent de sélectionner les éprouvettes saines, dépourvues de fissure et porosité (cf. Figure II-2).



Figure II-2 : Cliché RX des allumettes de colle usinées pour sélection

Une mesure précise de la section est effectuée en plusieurs points de l'éprouvette.

2.2. Essais de fluage et recouvrance

2.2.1. Moyen d'analyse mécanique dynamique (DMA)

La machine d'analyse mécanique dynamique utilisée est une DMA 100+ de MetraVib. Elle permet la caractérisation viscoélastique des matériaux dans le domaine fréquentiel et quasi-statique.

Une enceinte thermique (visible en Figure II-3) et un flux d'air thermo régulé permettent de réaliser des essais entre -60°C et 200°C. L'échantillon est placé entre les mors à l'aide de cales d'étalonnage sans aucune autre forme d'instrumentation. Une cellule d'effort de 100N est utilisée pour les essais basses fréquences ou quasi-statiques.



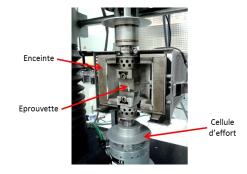


Figure II-3: Analyseur mécanique dynamique DMA 100+ de MetraVib

En dynamique, une sollicitation oscillatoire est imposée à l'éprouvette tandis que la réponse du matériau est mesurée pour différentes fréquences et températures à l'aide d'une cellule piézoélectrique. Une tentative d'analyse dynamique est présentée en annexe A.4.

Cette méthode permet d'obtenir des courbes maîtresses du module de stockage et du module de perte du matériau. Elles sont construites à partir d'un modèle d'équivalence temps – températures de William Landel et Ferry [70]. Un coefficient de glissement permet d'obtenir à partir des courbes, la raideur et l'amortissement du matériau pour une température donnée. Cependant, la validité de

cette équivalence WLF, ne s'applique en général qu'autour de la température de transition vitreuse du polymère. De plus, les essais de caractérisation dynamique ne sont pas concluants à cause d'une importante raideur de la colle à plus basse température, qui ne permet pas l'identification de courbes maîtresses sur toute la gamme de température visée.

En quasi-statique, le PID de la machine doit être réglé en permanence en fonction de la raideur de l'éprouvette. Cela complique les essais de maintien du déplacement réalisés sur l'adhésif époxy dont la raideur varie beaucoup en température. C'est le cas en particulier pour les essais de relaxation où le réglage du PID ne permet pas un chargement rapide de la consigne et provoque un dépassement comme visible en Figure II-4.

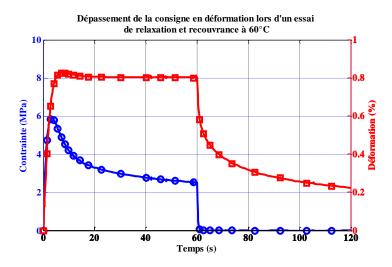
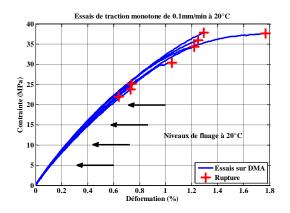


Figure II-4 : Essai de relaxation au PID inadapté présentant un dépassement à l'échelon de déformation de 0.8%.

Or, le chargement initial doit être suffisamment court pour pouvoir considérer la charge comme instantanée. L'identification fine de la raideur de l'éprouvette pour chaque cas testés nécessiterait un nombre bien plus important d'éprouvettes de colle. C'est la raison pour laquelle la campagne d'essais suivante comprend essentiellement des essais de fluage plus simples à réaliser.

2.2.2. Protocole

Des essais de traction monotone sont réalisés préalablement à 20°C, 50°C, et 100°C. Les courbes de traction et l'instant de rupture des éprouvettes permettent la définition de niveaux de fluage pour chaque isotherme (cf Figure II-5).



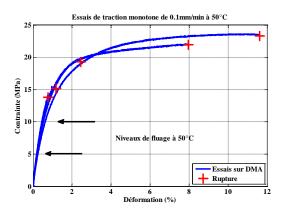


Figure II-5 : Courbes de traction à 20°C et 50°C

Dans un premier temps, seulement 5 températures d'essais sont considérées. Les températures inférieures à -10°C ne sont pas testées à cause de l'inertie thermique de la machine (la colonne d'effort varie lentement en température pendant l'essai). Bien que l'éprouvette atteigne rapidement la température désirée à l'intérieur de l'enceinte, le reste de la colonne d'effort continue à se dilater ou se contracter pendant l'essai. C'est pourquoi, les essais à températures font systématiquement intervenir une étape de maintien de l'effort à 0N jusqu'à stabilisation des déformations thermiques de la colonne d'effort (cf. Figure II-6). Des essais à températures inférieures à -20°C nécessitent plus d'azote liquide pour le refroidissement et la stabilisation de la colonne d'effort que la capacité de la machine.

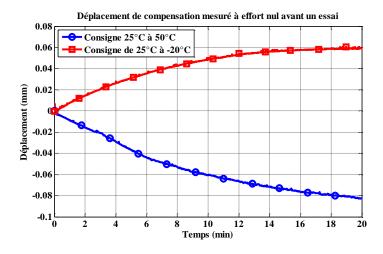


Figure II-6 : Compensation des déformations thermiques de la colonne pour un effort nul pendant sa stabilisation de 25°C vers -20°C et 50°C

La durée des paliers de fluage est fixée à 10min, durée des paliers thermiques en étuve. Un fluage plus long est aussi planifié, mais l'objectif premier de cette campagne est de déterminer la dynamique de relaxation des efforts au sein de l'assemblage pendant le cyclage thermique.

L'échelon d'effort des paliers de fluage est imposé en 1s pour être considéré instantané. A la fin de chaque palier de fluage, une étape de recouvrance des déformations visqueuses à effort nul est réalisée.

Le plan d'essai établi est disponible dans le Tableau II-1.

Température		-10°(С	0'	,C	20°C				50°C			100°C					
Fluage		10mi	n	10r	nin		2mir	า	10min		10min			10min				
Recouvrance		10mi	n	10r	nin		2mir	า	10min		10min 30min		min	10min				
Niveaux (MPa)	5	10	15	10	15	5	10	15	5	10	15	20	5	10	5	10	1	2

Tableau II-1: Plan d'essais de fluage et recouvrance

Les niveaux de contraintes de fluage à 100°C sont faibles (1 et 2MPa) à cause de la forte perte de raideur constatées lors des essais de traction monotone et de l'élongation extrême de la colle qui cause prématurément la rupture.

2.2.3. Résultats

Les étapes de stabilisation thermique qui précèdent les essais à température sont d'une importance considérable d'après la variabilité des résultats constatée. Malgré tout, les essais sont dans l'ensemble satisfaisants et peuvent être exploités pour la caractérisation du matériau adhésif.

Les courbes de fluage et recouvrance de la Figure II-7 montrent, tout d'abord, que les effets visqueux sont aussi présents en-dessous de la température de transition vitreuse.

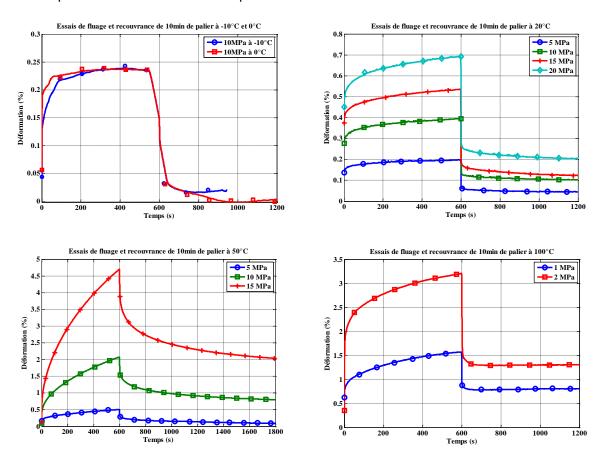
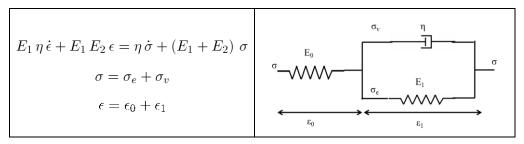


Figure II-7 : Courbes de fluage et recouvrance pour différentes températures et niveaux de contraintes

Le comportement de l'adhésif dépend fortement de la température et du niveau de contrainte imposé pendant l'essai de fluage. L'étape de stabilisation consomme une quantité importante d'azote liquide pour les essais à froid, ce qui compromet les essais avec des temps de fluages plus longs. Cependant, les effets visqueux s'estompent pour T≤10°C. L'adhésif se comporte alors comme un matériau élastique avec un module d'Young qui varie peu à basse température (cf. Figure II-7).

Les modèles de bases pour décrire un comportement viscoélastique sont les modèles de Maxwell et de Voigt décrits en annexe A.4. Ils ont chacun leur domaine d'application selon qu'ils doivent reproduire une relaxation ou bien un fluage. Le modèle de Zener ou bien modèle SLS pour Standard Linear Solid est une combinaison de ceux modèles élémentaires. Il est utilisé pour modéliser un matériau viscoélastique en imposant soit un effort, soit un déplacement comme le permet l'équation différentielle en Tableau II-2.

Tableau II-2 : Description du modèle de Zener



Ce modèle de viscoélasticité linéaire permet de décrire à la fois des phénomènes de relaxation et de fluage, comblant ainsi les défauts des modèles de Maxwell et Voigt. Il est la référence pour la simulation des phénomènes visqueux.

Une première identification des coefficients visqueux d'un modèle de Zener par le calcul des tangentes montre qu'un seul temps de retard est insuffisant pour décrire l'écoulement sur une échelle de temps comparable au cycle de température imposé aux composants. Il est nécessaire de considérer au moins deux taux de fluages, temps courts, temps longs, pour reproduire l'écoulement à cette échelle (cf. Figure II-8).

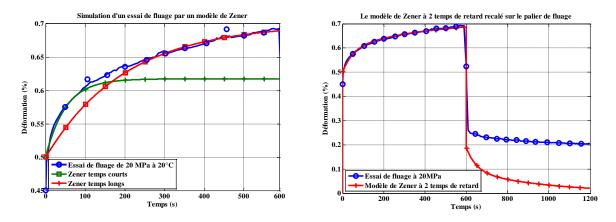


Figure II-8: Recalage d'un essai de fluage pour deux temps de retard différents dans un modèle de Zener

A l'aide d'un modèle de Zener avec deux temps de retard, c'est-à-dire avec deux modèles de Voigt en série, un essai de fluage puis recouvrance de 10min de paliers est calculé numériquement (cf. Figure II-8 à droite). La courbe expérimentale présente une déformation résiduelle de 0.2% non recouvrée

pendant le palier de 10min à effort nul. Bien que le temps de recouvrance soit relativement court, il apparait que la courbe admet une tangente située à un niveau non négligeable en comparaison d'un matériau viscoélastique linéaire qui recouvrerait la totalité de la déformation à effort nul.

Le phénomène est d'autant plus accentué que la température d'essai est élevée comme le montrent les essais de fluage à 100°C à 1, 2 et 4 MPa de la Figure II-7.

2.3. Comportement pseudo plastique et essais d'investigation

2.3.1. Modélisation de la déformation résiduelle

L'élément de base pour représenter la plasticité dans un modèle rhéologique est le patin. Il sert à reproduire le seuil à partir duquel il y a écoulement plastique, c'est-à-dire accumulation de déformation irréversible. Ce seuil de plasticité ou limite élastique généralement notée σ_y est la valeur qu'un critère de plasticité doit atteindre pour qu'il y ait écoulement.

Lorsque le critère de plasticité est atteint, l'écoulement est calculé en suivant une loi d'écrouissage modélisée par un ressort en parallèle du patin comme le montre la Figure II-9 détaillant le modèle de Prager. Sans le ressort, le matériau serait parfaitement plastique.

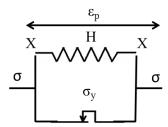


Figure II-9 : Modèle de Prager dans le cas de la plasticité linéaire

Comme pour modéliser la viscoélasticité, un amortisseur (viscosité linéaire) en parallèle du montage plastique permet de rendre l'écoulement plastique visqueux. C'est le cas du modèle de Bingham représenté en Figure II-10.

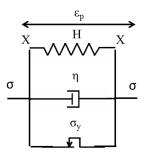


Figure II-10 : Modèle de Bingham pour la plasticité dépendante du temps

Le comportement du modèle de Bingham est similaire au modèle de Kelvin Voigt pour les cas de charge qui vérifient le critère de plasticité. Il est en général intégré en série à un ressort de Hooke pour former un matériau élasto viscoplastique. L'intérêt est d'avoir un temps de retard plastique séparé de la viscosité élastique.

Dans le cas d'un matériau viscoélastique et viscoplastique, ce type de modèle nécessite davantage d'essais pour caractériser les temps de retards séparément. L'identification de la loi d'écrouissage nécessite de relaxer les contraintes élastiques [71].

Un test rapide de ces modèles de Prager et de Bingham en série d'un modèle de Zener est réalisé sur les essais de fluage et recouvrance à 20°C. Les deux modèles de plasticité précédents sont ajoutés à un modèle de Zener utilisé avec succès pour reproduire la phase de fluage. La Figure II-11 rassemble les courbes numériques et expérimentales des 4 essais à 20°C. Le recalage du modèle n'est réalisé qu'à partir de l'essai de fluage à 20MPa.

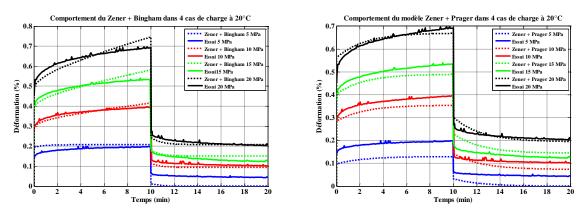


Figure II-11 : Simulations des 4 essais de fluage et recouvrance à 20°C via des modèles plastiques

La déformation résiduelle en fin de recouvrance est difficile à reproduire fidèlement à travers les différents niveaux de sollicitation. Le recalage nécessite une variété de niveaux de sollicitations et de temps de palier plus importante. De plus, il est possible qu'une dispersion des résultats entre les différentes éprouvettes fausse l'identification du modèle.

Des essais d'investigation sont alors prévus pour les raisons suivantes :

- Il faut identifier l'origine de la déformation résiduelle (visqueuse non recouvrée ou viscoplastique).
- En présence d'un chargement cyclique, il faut vérifier l'existence ou non d'effets transitoires dus à l'écrouissage. Le durcissement et l'adoucissement cyclique peuvent, dans le cas de déformations imposées, modifier l'amplitude d'effort cyclée de manière significative [23].

2.3.2. Origine de la déformation résiduelle

La déformation résiduelle des éprouvettes de colle en fin de palier de recouvrance est soit une déformation de fluage à très long temps de recouvrance, soit une déformation irréversible ou pseudo plastique. Les particules d'argent présentes dans la colle peuvent par exemple faire l'objet d'une réorganisation et de frottements lorsque la matrice époxy flue autour d'elles. C'est souvent le cas dans le domaine des composites à fibres courtes [72].

Dans le cas d'une déformation irréversible, les sollicitations cycliques au-delà du domaine d'élasticité peuvent endommager le matériau. Une série d'essais d'investigation sont réalisés dans le but d'établir comment est générée cette déformation résiduelle non recouvrée (cf. Tableau II-3).

Tableau II-3: Essais d'investigation

Référence de l'essai	Temps de palier	Niveaux de charge	Température
	Temps de fluage : 600s Recouvrances : 600s	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18MPa	20°C
CCR	Temps de fluage : 600s Recouvrances : 600s	2, 4, 6, 8, 10MPa	50°C
	Temps de fluage: 120, 240, 360, 480, 600s Recouvrances : 600s	10MPa	20°C
CCR à niveau constant	Temps de fluage: 120, 240, 360, 480, 600s Recouvrances : 1200s	15MPa	50°C
Enchainement de CCR à niveaux	Temps de fluage : 120, 240, 360, 480, 600s Recouvrances : 600s	4, 6, 8, 10, 15 MPa	20°C
constants	Temps de fluage : 120, 240, 360, 480, 600s Recouvrances : 1200s	5, 7, 9, 11MPa	50°C

Les essais référencés CCR (pour Cyclic Creep and Recovery) sont des essais auxquels Launay [73] [71] a recours pour la caractérisation de la plasticité de son matériau composite viscoélastique. Ils permettent de solliciter une même éprouvette à différents niveaux pour constater les effets de seuil sur la déformation résiduelle. Ainsi, pour un temps de recouvrance suffisamment long, la variation de déformation non recouvrable en fonction de l'effort de fluage imposé traduit l'écoulement plastique en fonction du seuil élastique et des efforts, c'est-à-dire la loi d'écrouissage du matériau.

La Figure II-12 montre la mesure de déformation d'une éprouvette d'adhésif lors d'un essai CCR à 20°C et à 50°C.

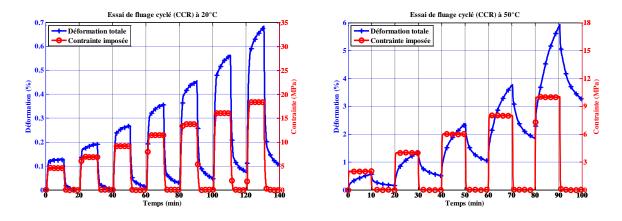


Figure II-12: Essais CCR réalisés à 20°C et 50°C

La courbe de la déformation totale en fonction du temps (courbe bleue) ne revient pas à déformation nulle à la recouvrance après un échelon de fluage à 9MPa à 20°C. Cela suppose un seuil élastique

inférieur à cette valeur à moins que 10min de recouvrance ne soit pas un temps suffisamment long pour recouvrer la déformation de fluage. La déformation résiduelle croit pour les paliers suivant.

A ce stade, il n'est pas encore possible de déterminer si cette déformation résiduelle est plastique ou bien viscoplastique. Une adaptation des essais de Launay est nécessaire pour répondre à cette question. Pour cela, il faut observer l'évolution de la déformation résiduelle en fonction de la répétition de plusieurs cycles de fluage et recouvrance aux mêmes niveaux mais pour des temps de palier différents. Un temps de recouvrance identique est conservé pour chaque temps de fluage d'un essai.

La Figure II-13 montre un essai de ce type réalisé sur une éprouvette de colle. La déformation résiduelle présente un accroissement en fonction du temps de palier. L'accroissement de déformation résiduelle en fin de recouvrance est plus important à 50°C.

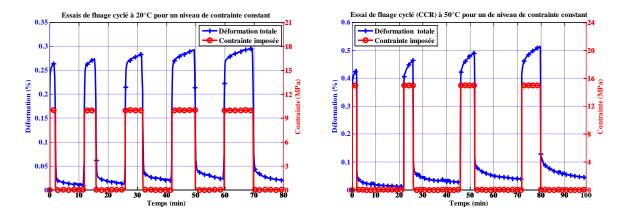


Figure II-13: Un essai CCR avec des niveaux constants pour des temps de fluage croissants

La déformation résiduelle semble sensible au temps du palier de fluage pendant lequel elle apparait. L'augmentation reste cependant assez faible pour un même niveau de sollicitation.

L'essai présenté en Figure II-14 combine les deux essais précédents sur une même éprouvette.

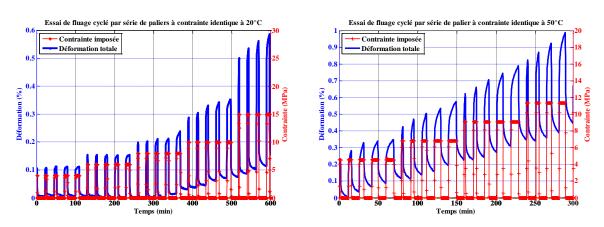


Figure II-14 L'accumulation de déformation résiduelle non recouvrée est plus importante au cours du temps qu'en fonction du niveau de charge

Il est intéressant de voir que la déformation résiduelle commence à apparaître de manière significative à partir des paliers de 10 MPa à 20°C. On observe une augmentation du niveau de la

déformation résiduelle entre deux niveaux de fluage différents. Pour le cas à 50°C, la déformation résiduelle en fin de recouvrance ne cesse d'augmenter à chaque palier temporel.

Il semble que l'écoulement irréversible dépend à la fois d'une loi d'écrouissage et d'une loi en fonction du temps.

2.3.3. Présence de phénomènes d'écrouissage cyclique transitoires

Pendant le processus d'investigation de la nature de la déformation résiduelle, la réalisation d'essais de charge – décharge non symétriques c'est-à-dire avec un rapport de charge nul, à déformation imposée $R=\frac{\epsilon_{min}}{\epsilon_{max}}=0$, a montré des phénomènes transitoires d'origine plastique, d'amplitude significative à température élevée. La Figure II-15 présente la réponse du matériau pour un essai de ce type à 60°C.

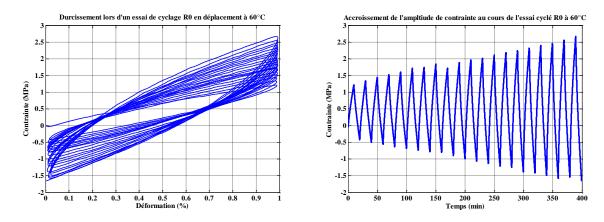
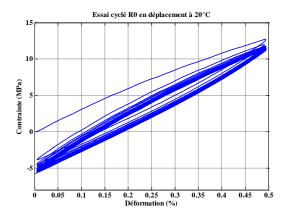


Figure II-15 : Durcissement cyclique en R0 déplacement à 60°C

L'amplitude de contrainte générée lors de la traction de l'éprouvette double en 20 cycles. Or, le caractère visqueux du matériau ne peut pas être mis en cause. Au cours d'un essai à déplacement imposé, la viscoélasticité du matériau entraine une relaxation de la contrainte moyenne à cause d'une sollicitation moyenne non nulle. L'augmentation de l'amplitude des contraintes est une preuve de durcissement cyclique important dû à l'écrouissage du matériau qui réoriente ses charges au cours des cycles. Ce phénomène a surtout été étudié pour les matériaux métalliques soumis à un chargement alterné [23].

Le durcissement est amplifié à haute température, tandis qu'il disparait en dessous de T_g pour laisser place à une relaxation de la contrainte moyenne qui peut être à la fois d'origine visqueuse et plastique. Une chute de l'effort moyen au cours des cycles, sans durcissement notable, est visible en Figure II-16 pour le même type d'essai, mais réalisé à 20° C.



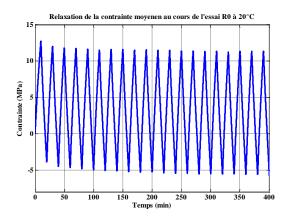


Figure II-16: Relaxation de la contrainte moyenne

3. Recalage du modèle matériau viscoplastique

3.1. Présentation du modèle Two-Layers

A partir des observations des essais de fluage et recouvrance, des essais CCR et des essais cyclés de rapport de R=0, différents besoins de modélisation apparaissent :

- Viscoélasticité avec une part élastique instantanée (modèle SLS)
- Viscoplasticité avec écrouissage (modèle de Bingham)
- Phénomènes d'écrouissage transitoires (nécessite la combinaison des écrouissages isotrope et cinématique)
- Dépendance à la température

Le modèle de matériau sélectionné doit être aisément identifiable et si possible, disponible dans le code de calcul éléments finis ABAQUS. L'utilisation de plusieurs temps caractéristiques peut s'avérer difficile et nécessiter beaucoup d'essais.

La solution proposée est de considérer un temps caractéristique commun à la fois à la partie plastique et à la partie élastique. Astuce d'autant plus justifiée, qu'il est soupçonné que la matrice époxy, polymère viscoélastique, puisse être en partie responsable de la partie visqueuse de la plasticité de la colle par le fluage de la matrice autour des microparticules d'argent.

Un modèle proposé par Kichenin [74] et nommé Two-Layers répond en bonne partie aux besoins énoncés ci-avant. Il est déjà encodé dans le logiciel de calcul ABAQUS en fonction de la température. Du point de vue rhéologique, il s'agit du montage élastoplastique de Prager en parallèle d'un modèle de Maxwell comme illustré en Figure II-17. La loi d'écrouissage de la partie plastique peut être définie comme une combinaison des écrouissages isotrope et cinématique comme recherché. Cela remplit l'ensemble des conditions nécessaires à la modélisation du comportement de l'adhésif.

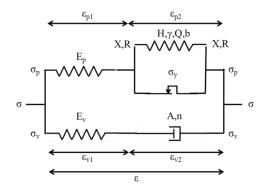


Figure II-17 : Schéma du modèle de matériau appelé Two-Layers

Ce modèle a la particularité d'associer une branche viscoélastique et une branche élastoplastique en parallèle. L'unique temps de retard est représenté par un amortisseur et procure les effets visqueux à la partie élastique et à la partie plastique par le montage en parallèle (iso déformations) exprimé dans (II-1).

$$\epsilon = \epsilon_{v1} + \epsilon_{v2} = \epsilon_{p1} + \epsilon_{p2}$$
 (II-1)

La contrainte est au contraire répartie dans les deux branches :

$$\sigma = \sigma_p + \sigma_v \tag{II-2}$$

Tant que le critère plastique n'a pas atteint les conditions d'écoulement, le modèle Two-layers est équivalent à un modèle de Zener détaillé précédemment avec pour module instantané :

$$E = E_v + E_p (II-3)$$

Les contraintes générées dans chaque branche s'expriment de la façon suivante :

$$\sigma_v = E_v \, \epsilon_{v1}$$
 (II-4) $\sigma_p = E_p \, \epsilon_{p1}$

La viscosité est non linéaire et définie par la loi de Norton sur la partie déviatorique du tenseur des contraintes de la branche visqueuse :

$$\epsilon_{v2}^{\cdot}{}^{eff} = A J(\sigma_v)^n$$

$$\epsilon_{v2}^{\cdot} = \epsilon_{v2}^{\cdot}{}^{eff} N_v$$

$$N_v = \frac{dJ}{d\sigma_v}$$
(II-5)

Où $J\left(\sigma_v\right)$ est le critère de von Mises appliqué à la contrainte de la branche visqueuse. Elle permet de générer un écoulement à volume constant en fonction du chargement et indépendamment de la pression hydrostatique.

La plasticité est activée lorsque le critère de von Mises sur la contrainte plastique est vérifié, c'est-àdire lorsque la fonction de charge de l'équation (II-6) s'annule.

$$f = J(s - X) - (\sigma_y + R) \tag{II-6}$$

Où X et R sont les variables d'écrouissage cinématique et isotrope respectivement, σ_y est le seuil élastique de la colle et s est la partie déviatorique de la contrainte de la branche plastique et définie par :

$$s = \sigma - \frac{1}{3}tr(\sigma) \tag{II-7}$$

Pour rappel, le critère de von Mises J s'exprime de la façon suivante :

$$J(s-X) = \frac{3}{2}\sqrt{s-X:s-X}$$
 (II-8)

Où l'opérateur « : » est le produit contracté sur deux indices du tenseur de la partie déviatorique du chargement s décentrée par la variable d'écrouissage cinématique X.

Lorsque la fonction de charge f s'annule, il y a écoulement plastique. Un multiplicateur plastique p est défini en fonction du chargement et projeté sur les directions d'écoulement appropriées.

$$\begin{cases} f=0\Rightarrow dp>0\\ f<0\Rightarrow dp=0 \end{cases}$$

$$\epsilon_{p2}=pN_{p}$$

$$N_{p}=\frac{dJ}{d\sigma_{p}}$$
 (II-9)

Les lois d'écrouissages sont définies par deux coefficients chacune. Tout d'abord, l'écrouissage cinématique est non linéaire :

$$dX = Hdp - \gamma p \tag{II-10}$$

Où γ est le terme de rappel qui donne l'évolution exponentielle de l'écrouissage en fonction de l'accroissement du multiplicateur plastique.

L'écrouissage cinématique est commode pour la simulation de chargement cyclique avec plastification contrairement à l'écrouissage isotrope qui n'est caractérisé que par une charge monotone. L'écrouissage cinématique permet de représenter le déplacement de la surface élastique dans l'espace des contraintes, et ainsi reproduire des phénomènes présents dans un chargement cyclique : relaxation de la contrainte moyenne en déplacements imposés ou encore l'effet de Rochet en contraintes imposées.

Ensuite, l'écrouissage isotrope est aussi non linéaire avec une évolution exponentielle de saturation de la forme :

$$R = Q(1 - exp(-bp))$$
 (II-11)

Il permet l'accroissement ou la réduction de la surface élastique. Dans cette formulation, le changement de taille est limité à Q, une grandeur homogène à une contrainte qui s'ajoute à la limite -initiale élastique σ_y à atteindre par le chargement équivalent de von Mises pour activer l'écoulement.

L'utilisation de ces deux formes d'écrouissage combinées permet de reproduire des effets transitoires comme le durcissement ou l'adoucissement cyclique des phénomènes d'écrouissage en plus des effets cinématiques tels que la relaxation de contrainte moyenne [23].

3.2. Définition d'essais cyclés pour l'identification des coefficients matériaux

Il est important de reproduire les phénomènes observés le plus fidèlement possible pour éviter de caractériser le mauvais mécanisme de fatigue. Relaxation des contraintes pendant un palier, localisation de déformation plastique, durcissement local ou encore chargement cyclique de l'interface sont autant de scénarii à investiguer à l'aide du modèle matériau adéquat.

Cela passe par l'identification de l'ensemble des coefficients du modèle à différentes températures. La difficulté réside dans l'opposition de deux dynamiques du matériau. Il faut caractériser une évolution du matériau en fonction du temps par des paliers statiques comme pour les essais de fluage, mais aussi solliciter la colle de manière cyclique en limitant les effets visqueux pour cibler la dérive de l'écrouissage.

Les essais quasi-statiques déjà disponibles ne permettent pas d'identifier complètement ce matériau pour plusieurs raisons.

- Pour une température donnée, seulement un palier de fluage et une recouvrance ont été réalisés à chaque fois. Même si l'unique temps de retard, commun à la partie élastique et la partie plastique, aurait pu être identifié, il ne s'agit que d'un seul cycle de chargement. Il est nécessaire d'en réaliser plusieurs pour caractériser l'écrouissage combiné.
- Les résultats des essais sont relativement dispersés (entre 5 et 10%). La caractérisation de l'écrouissage en fonction de différents niveaux de sollicitation n'est pas sans risque d'une éprouvette à l'autre. Il convient donc de réaliser une succession de sollicitations différentes durant un même essai sur une même éprouvette.

L'essai d'identification défini pour pouvoir recaler le fluage et l'écrouissage plastique sur une même éprouvette est inspiré de la boucle anhystérétique mise en place dans les travaux de Launay [71].

Cet essai consiste à appliquer une succession de phases de charge, relaxation et décharge à l'éprouvette. Les niveaux de contraintes maximales sont alternés de manière symétrique deux à deux et croissent par paires. L'évolution au cours du temps de la consigne en déformation et de la réponse en contrainte du matériau pour un essai de ce type à 25°C est disponible en Figure II-18.

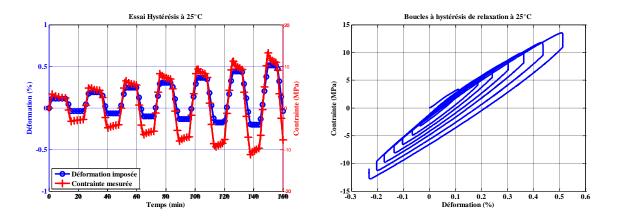


Figure II-18 : Consigne et réponse pour un essai de boucles à hystérésis avec paliers de relaxation

Les paliers de relaxation permettent d'identifier la partie viscoélastique du matériau. La déformation résiduelle en fin de palier traduit donc l'écoulement plastique en fonction des niveaux de contraintes engendrés. Le tracé dans le plan des contraintes et déformation en Figure II-18, montre une dérive des boucles dans le plan contraintes-déformations.

L'alternance traction – compression subie par l'éprouvette permet d'activer les effets d'écrouissage recherchés tandis que les paliers statiques renseignent sur le temps caractéristique de relaxation du matériau. Les niveaux atteints lors de l'essai décrivent une bonne partie de la loi de l'écoulement plastique à identifier.

Le Tableau II-4 regroupe les essais d'identification réalisés entre 10°C et 80°C. Au-delà, il est difficile d'obtenir un bon contrôle de la température pour les grandeurs mesurées, sensibles à une variation de température des mors.

Tableau II-4 : Liste des essais de boucles à hystérésis utilisés pour l'identification de la loi de comportement

Référence de l'essai	Conditions d'essai	Température
	Niveaux : 2,4 et 6MPa	
Hystérésis 10	Temps de charge = 120s	10°C
	Relaxation : 600s	
	Niveaux: 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16MPa	
Hystérésis 25	Temps de charge = 120s	25°C
	Relaxation : 600s	
	Niveaux : 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14MPa	
Hystérésis 30	Temps de charge = 120s	30°C
	Relaxation : 600s	
	Niveaux : 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14MPa	
Hystérésis 40	Temps de charge = 120s	40°C
	Relaxation : 600s	
	Niveaux : 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14MPa	
Hystérésis 50	Temps de charge = 120s	50°C
	Relaxation : 600s	
	Niveaux : 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7MPa	
Hystérésis 60	Temps de charge = 120s	60°C
	Relaxation : 600s	
	Niveaux : 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7MPa	
Hystérésis 70	Temps de charge = 120s	70°C
	Relaxation : 600s	
	Niveaux : 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7MPa	
Hystérésis 80	Temps de charge = 120s	80°C
	Relaxation : 600s	

3.3. Recalage progressif d'un modèle explicite

L'identification des coefficients du modèle Two-Layers est réalisée à partir des essais Hytérésis entre 10°C et 80 °C. Le recalage de la réponse numérique issue de la simulation de ces essais, fournit un lot de paramètres pour chaque température. L'évolution des coefficients en fonction de la température est déterminée par une même loi spécifique.

3.3.1. Présentation de la méthode de calcul

L'identification des coefficients du modèle Two-layers est réalisé par recalage numérique. La réponse du matériau en 1D est calculée par la méthode des différences finies formulées en explicite dans Matlab. La consigne est prise directement des mesures de déplacement des essais à recaler. La réponse en contrainte est ensuite comparée aux résultats expérimentaux dans une fonction d'optimisation de Matlab basée sur la méthode des gradients.

Ce type de recalage est intéressant pour sa vitesse d'exécution. En effet, la minimisation de la différence des deux réponses matériau au sens des moindres carrés peut demander un nombre important d'itérations suivant le nombre de paramètres à optimiser et la précision désirée. A chaque itération, Matlab doit recalculer le vecteur de contrainte en fonction du temps. Une formulation implicite ou encore la simulation du matériau dans ABAQUS n'aurait pas eu l'efficacité recherchée.

C'est un calcul explicite qui est retenu et réalisé à l'aide de MATLAB. Cela implique une bonne formulation du modèle Two-Layers et des différents critères utilisés. Le calcul de la déformation plastique consiste à tester un prédicteur élastique à chaque incrément. Si le critère de plasticité est vérifié, un correcteur plastique est ajouté pour avoir la réponse réelle.

La particularité de l'exercice vient dans le calcul de la partie visqueuse qui est basée sur la partie déviatorique du tenseur des contraintes comme dit précédemment. Invoquée par la fonction *VISCOUS dans ABAQUS réservé habituellement aux matériaux viscoplastiques purs, il est nécessaire de considérer cette étape comme le test d'un premier critère au sens de von Mises d'un prédicteur élastique avant de passer à la partie plastique.

La matrice des rigidités s'exprime par :

$$E = \begin{bmatrix} \lambda + 2\mu & \lambda & \lambda \\ \lambda & \lambda + 2\mu & \lambda \\ \lambda & \lambda & \lambda + 2\mu \end{bmatrix}$$
 (II-12)

Où λ et μ sont les coefficients de Lamé.

La rigidité instantanée est répartie sur chaque branche à l'aide du coefficient f_v pour former $E_v=f_v\,E$ le ressort élastique de la branche visqueuse et $E_p=(1-f_v)\,E$ celui de la branche plastique avec :

$$f_v = \frac{E_v}{E_v + E_p} \tag{II-13}$$

La prédiction d'un incrément purement élastique (repéré par test) induit :

$$\sigma_{v_{i+1}}^{test} = E_v \epsilon_{v1_{i+1}}^{test} = E_v \left(\epsilon_{i+1} - \epsilon_{v2_{i+1}}^{test} \right)$$

$$\epsilon_{v2_{i+1}}^{test} = \epsilon_{v2_i}$$
(II-14)

Ce prédicteur élastique (sans écoulement plastique) doit ensuite être testé via le critère d'écoulement visqueux basé sur le formalisme de von Mises en rapport avec la partie déviatorique du tenseur.

Il y a écoulement visqueux pour toute contrainte non nulle, cela veut dire que la surface purement élastique est réduite à un point et que l'écoulement visqueux est vrai en permanence. Ainsi le critère est vérifié dès qu'il y a chargement du matériau :

$$J\left(\sigma_{v_{i+1}}^{test}\right) > 0 \tag{II-15}$$

Où J est le tenseur de von Mises relatif à la contrainte de prédiction.

Pour obtenir les contraintes et déformations réelles, il faut calculer le premier correcteur Δv à appliquer à la prédiction élastique de la façon suivante :

$$\epsilon_{v2_{i+1}} = \epsilon_{v2_{i+1}}^{test} + \Delta v N_v$$

$$\sigma_{v_{i+1}} = E_v \left(\epsilon_{i+1} - \epsilon_{v2_{i+1}}^{test} - \Delta v N_v \right)$$
(II-16)

La même approche est ensuite utilisée pour l'écoulement plastique.

La viscosité est pilotée par une loi de Norton détaillée en équation (II-5) qui permet de calculer le correcteur Δv :

$$\dot{\epsilon_{v2}}^{eff} = \frac{\Delta v}{\Delta t} = A J (\sigma_{v_{i+1}}^{test})^n$$
 (II-17)

Le correcteur est distribué sur les 3 composantes à l'aide de la matrice des directions de l'écoulement :

$$N_v = \frac{dJ}{d\sigma_v} = \frac{3}{2} \frac{s_v^{test}}{J(\sigma_{v_{i+1}}^{test})}$$

$$s_v^{test} = \sigma_{v_{i+1}}^{test} - \frac{1}{3} trace\left(\sigma_{v_{i+1}}^{test}\right)$$
(II-18)

En sollicitation uniaxiale la matrice de direction d'écoulement est en permanence égale à :

$$N_v = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -0.5 & 0 \\ 0 & 0 & -0.5 \end{bmatrix}$$
 (II-19)

Un prédicteur élastique dans la branche de la plasticité est calculé, il n'y a pour l'instant pas d'incrément de déformation plastique.

$$\begin{split} \sigma_{p_{i+1}}^{test} &= E_p \epsilon_{p1_{i+1}}^{test} = E_p \left(\epsilon_{i+1} - \epsilon_{p2_{i+1}}^{test} \right) \\ \epsilon_{p2_{i+1}}^{test} &= \epsilon_{p2_i} \\ R_{i+1}^{test} &= R_i \\ X_{i+1}^{test} &= X_i \end{split} \tag{II-20}$$

Où X et R sont les variables internes d'écrouissage respectivement cinématique et isotrope. Le critère de plasticité est le suivant :

$$f_{i+1} = J(s_p^{test} - X_{i+1}^{test}) - (\sigma_y + R_{i+1}^{test}) = 0$$
 (II-21)

Dès que le critère est atteint, le multiplicateur plastique Δp est calculé et projeté sur les directions d'écoulement N_p . En sollicitation uniaxiale :

$$N_p = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -0.5 & 0 \\ 0 & 0 & -0.5 \end{bmatrix}$$
 (II-22)

La méthode explicite pour un chargement uniaxial permet le calcul direct du multiplicateur plastique et permet d'éviter les itérations successives de la méthode implicite.

$$\Delta p = \frac{f_{i+1}}{3\mu(1 - fv) + h} \tag{II-23}$$

Où h est le module plastique. L'équation (II-24) est utilisée pour recalculer ce module plastique à chaque incrément pour l'incrément suivant. Elle permet de considérer un écrouissage cinématique non linéaire, c'est-à-dire qui arrive à saturation.

$$X_{i+1} = \frac{1}{1+\gamma\Delta p}\left(X_{i+1}^{test} + \frac{2}{3}H\Delta pN_p\right)$$

$$h = \frac{2}{3}H - \gamma X_{i+1}N_p$$
 (II-24)

Ainsi la déformation plastique est calculée à partir du prédicteur élastique et du multiplicateur plastique.

$$\epsilon_{p2_{i+1}} = \epsilon_{p2_{i+1}}^{test} + \Delta p N_p \tag{II-25}$$

La méthode explicite utilisée dans ce calcul implique une erreur sur l'évaluation de la réponse du matériau lors de l'écoulement. Une taille d'incrément de temps relativement faible est nécessaire.

Le script de calcul ainsi généré est utilisé pour le recalage des coefficients matériaux par optimisation. La fonction d'optimisation *fmincon* de MATLAB est mise en œuvre. Elle permet la minimisation d'une fonction objectif en considérant un domaine borné pour chaque paramètre à estimer. De cette façon, il est possible de prévenir d'une divergence vers des valeurs de paramètres irréalistes.

Les premiers calculs montrent que deux facteurs n'ont pas une influence prépondérante sur les résultats de la réponse du matériau. Ils sont fixés à une valeur moyenne de l'ensemble des valeurs prises en fonction des essais recalés. Les coefficients non inclus dans l'identification définitive du modèle Two-Layers à partir des essais Hystérésis sont :

- L'exposant de la loi de Norton dans la branche visqueuse n=1.3
- La limite élastique initiale $\sigma_y = 0$

Il est d'autant plus intéressant de ne pas considérer ces coefficients dans l'optimisation que le nombre total de paramètres est important, ce qui rend l'optimisation délicate.

3.3.2. Adaptation de la méthode de recalage

Le recalage individuel des essais Hystérésis n'est pas la bonne stratégie : il existe différentes combinaisons de valeurs des paramètres qui conduisent à une même qualité de recalage par rapport aux courbes expérimentales. Les coefficients peuvent changer d'ordre de grandeur dans certains cas où le comportement de l'adhésif change radicalement comme au voisinage de sa température de transition vitreuse.

La stratégie adoptée consiste :

1) à hiérarchiser les coefficients du modèle suivant leur influence sur la réponse. Lors d'une première étape, un coefficient est identifié sur toute la gamme de température d'essai, à l'étape suivante, seuls les paramètres non fixés sont une nouvelle fois recalés sur les essais (cf. Figure II-19).

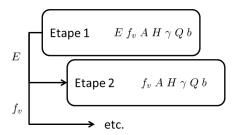


Figure II-19 : Diagramme de la méthode de recalage progressive employée pour l'identification du matériau

- 2) à utiliser une fonction qui traduit correctement la variation du paramètre en fonction de la température.
- 3) à identifier les paramètres de cette fonction en considérant en même temps les essais menés à différentes températures.

Parmi les coefficients à recaler en priorité, il y a le module d'Young du matériau E et le coefficient f_v qui répartit la rigidité totale sur les branches visqueuse et plastique du modèle Two-Layers. La courbe lissée des valeurs du module d'Young recalées à partir des essais correspond à une évolution classique de la raideur d'un polymère avec deux paliers délimitant les états vitreux et caoutchouteux de part et d'autre de la Tg. La Figure II-20 montre que les variations des paramètres E et f_v en fonction de la tangente pourrait être traduite correctement à l'aide de la fonction arc tangente.

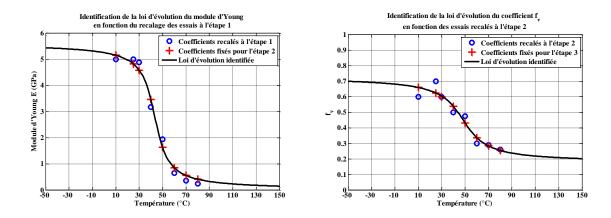


Figure II-20 : Identification des lois d'évolution de E et f à partir des coefficients recalés aux étapes 1 et 2

Si l'ensemble du comportement de la colle suit cette logique de transition entre deux états stables en fonction de la température, l'évolution de chaque coefficient peut être lissée par une fonction du même type. Le reste des paramètres est ensuite facilement recalé une fois E et f_v fixé. Les coefficients A et H sont identifiés lors des étapes 3 et 4. La loi d'évolution en température est donnée en Figure II-21.

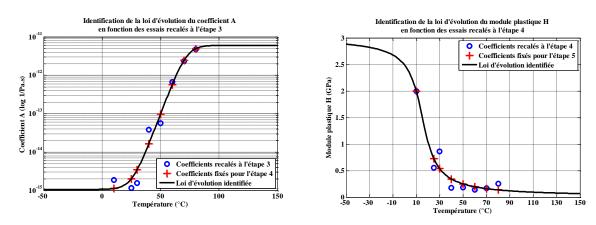


Figure II-21 : Identification des coefficients A et H en fonction de la température

Le coefficient A décrit plusieurs ordres de grandeurs. Cela peut représenter un problème dans l'identification de la loi d'évolution en température à cause du poids de certains écarts plus important. De plus, la transition entre les deux comportements à basses et hautes température est plus franche dans le cas du paramètre A, prenant 2 ordres de grandeur en une vingtaine de degrés. C'est pourquoi, un recalage logarithmique d'une fonction en tangente hyperbolique a été préféré pour ce coefficient.

L'évolution en arc tangente suppose finalement deux états différents. A basse température, la branche visqueuse devient plus raide par l'accroissement de E_v alors que la viscosité, représentée par A est diminuée. La branche plastique se trouve moins chargée en contrainte par la réduction de E_p ce qui limite aussi l'écoulement plastique. A l'inverse, à haute température, le module d'Young est réparti à 80% sur la branche plastique. Le retard de la réponse, géré par la branche visqueuse, influence l'écoulement plastique par le jeu des iso déformations.

En résumé, à froid, le modèle Two-Layers reproduit un matériau élasto plastique contrairement à chaud, où le matériau devient viscoplastique avec une élasticité réduite.

Tableau II-5: Evolution des coefficients matériaux Two-Layers en fonction de la température

Module d'Young E	$E(T) = -1.8.10^9 \arctan(0.12(T-43)) + 2.8.10^9$
Coefficient d'amortissement A	$A(T) = 3.10^{-12} \tanh(0.1(T - 72)) + 3.10^{-12}$
Module plastique H	$H(T) = 9.6.10^8 \arctan(0.11(T - 15)) + 1.5.10^9$
Valeur limite d'accroissement de la surface élastique Q	$Q(T) = -6.3.10^5 \arctan(0.39(T - 55)) + 1.3.10^6$
Taux d'accroissement de la surface élastique b	$b(T) = 17.5 \arctan(0.13(T - 57)) + 27.5$
Taux d'amortissement de l'écrouissage ${\rm cin\'ematique}\ \gamma$	$\gamma(T) = 5.5 \arctan(0.089(T - 38)) + 11.2$
Coefficient de répartition du module sur les branches visqueuse et plastique f_v	$f_v(T) = -0.18 \arctan(0.066(T - 48)) + 0.45$

La Figure II-22 montre la qualité de recalage obtenue pour les essais de boucles à hystérésis réalisés à 25°C et 50°C.

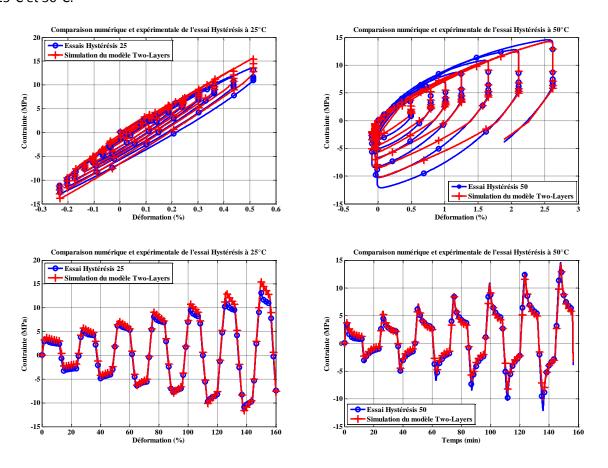


Figure II-22 : Bonne qualité de recalage obtenue pour les essais de boucles à hystérésis à 25°C et 50°C

Les contraintes maximales sont atteintes et les amplitudes de relaxation sont bien reproduites par la simulation explicite. Le recalage peut être quantifié par le calcul de l'indicateur statistique habituellement noté \mathbb{R}^2 ou coefficient de corrélation de Pearson défini par :

$$R^{2} = 1 - \frac{\sum_{i} (y_{i} - f_{i})^{2}}{\sum_{i} (y_{i} - \tilde{y})^{2}}$$

$$\tilde{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} y_{i}$$
(II-26)

Le Tableau II-6 rassemble les indicateurs de corrélations \mathbb{R}^2 des derniers calculs à l'aide du modèle Two-Layers muni de tous les coefficients recalés.

Tableau II-6 : Indicateurs de corrélation des courbes expérimentales avec la loi de comportement définitive

Essai	Recalage définitif
Hystérésis 10	0.9948489
Hystérésis 24	0.98721138
Hystérésis 30	0.99625406
Hystérésis 40	0.9929672
Hystérésis 50	0.9929672
Hystérésis 60	0.99015432
Hystérésis 70	0.99349366
Hystérésis 80	0.99578588

Les indicateurs de corrélation entre simulations et courbes expérimentales sont satisfaisants et les non linéarités bien reproduites. Cependant, il est nécessaire de vérifier que le comportement identifié à l'aide des essais spécifiquement conçus pour solliciter l'ensemble des aspects visqueux et plastiques du matériau, reproduisent bien les phénomènes observés (durcissement cyclique).

3.3.3. Comparaison avec les essais cyclés

Les essais cyclés à rapport de charge nul en contrainte ne sont pas utilisés pour le recalage des coefficients matériaux car ils ont le désavantage de cumuler en permanence, les phénomènes viscoélastiques et les effets d'écrouissage plastique. Une comparaison des essais à rapport de charge R=0 et des simulations du modèle Two-Layers est présentées en Figure II-23 et permet de vérifier la qualité de l'identification.

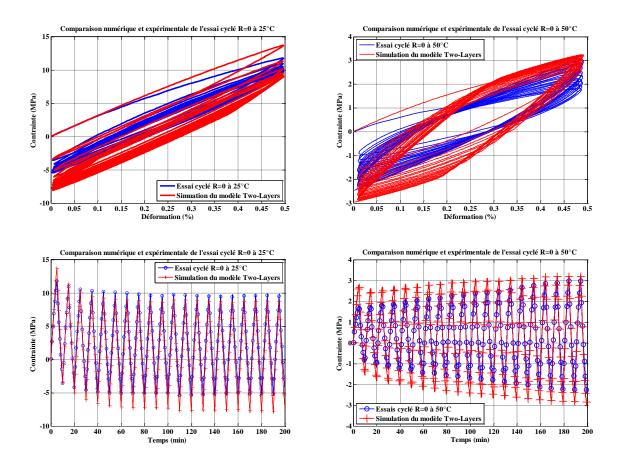


Figure II-23 : Comparaison des des essais cyclés R=0 à 25°C et 50°C avec les simulations réalisées avec le modèle Two-Layers recalé à partir des essais Hystérésis

Les tendances observées telles que la relaxation de la contrainte moyenne à 25°C et le durcissement cyclique à 50°C sont reproduits. Cependant l'amplitude des effets simulés est plus importante que celle observée dans les essais.

4. Bilan

La colle conductrice isotrope 84-1 LMISR4 est un matériau difficile à mettre en œuvre. L'utilisation d'une colle conditionnée sous forme de seringues a limité fortement les possibilités de réalisation d'éprouvettes exemptes de défauts. Néanmoins un procédé de fabrication a été mis au point et a permis la caractérisation du matériau.

Le comportement complexe de la colle nécessite d'avoir recours à des sollicitations variées sur une même éprouvette. Des essais appelés Hystérésis sont alors conçus de manière à enchaîner des étapes de charge et de décharge séparées par des paliers de relaxation de contraintes. Les directions d'écoulement alternées permettent de solliciter les phénomènes d'écrouissage cyclique détectés dans le matériau tandis que les paliers de relaxation ne dépendent que du comportement viscoélastique de l'adhésif.

L'identification de coefficients de la loi matériau a été effectuée par étapes successives à partir des essais Hystérésis. Le recalage reproduit de manière très satisfaisante les réponses expérimentales pour l'ensemble des températures testées. Il demeure des écarts d'amplitude entre la réponse

numérique du modèle et les essais cyclés à rapport de contrainte $R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0$ mais le comportement non linéaire de l'écrouissage (relaxation de la contrainte moyenne et durcissement cyclique) sont globalement bien représentés.

Le comportement de l'adhésif, caractérisé à l'aide du modèle Two-Layers, est maintenant disponible pour une modélisation de l'assemblage global.

CHAPITRE III. CARACTERISATION DE LA TENUE AUX INTERFACES

Une étude interne à Thales Alenia Space, relative à l'extension du procédé de collage au cas des MIC de grande taille a montré un taux de rupture adhésive significatif. Ce constat indique une certaine faiblesse des interfaces de collage qu'il est nécessaire d'évaluer.

Ce chapitre traite de la caractérisation de la tenue des interfaces de collage de l'assemblage. Les essais de caractérisation DCB et ENF, issus de la mécanique de la rupture, sont adaptés aux assemblages métalliques collés.

1. Introduction

Dans la démarche générale des travaux de thèse la caractérisation de la tenue des interfaces de collage doit permettre de consolider l'hypothèse de la faiblesse de ces domaines, facteur prépondérant devant le vieillissement de l'adhésif lui-même. Une faible tenue aux interfaces expliquerait les ruptures adhésives constatées par le partenaire industriel et pourrait être le mécanisme de fatigue prépondérant.

La caractérisation des interfaces de collage passe par l'élaboration d'éprouvettes proches de l'application, mais aussi par la compréhension des interactions entre la colle et les adhérents. Afin d'évaluer l'impact des revêtements dorés, il faut caractériser la résistance du joint de colle avec et sans préparation de surface.

Les objectifs suivants ont donc été poursuivis :

- Evaluer l'influence du revêtement doré,
- Mettre au point une éprouvette d'essai quasi-statique assemblé pour le mode I et le mode II,
- Observer le chemin de la fissure (aux interfaces ou à cœur du joint de colle),
- Evaluer le G_{Ic} et le G_{IIc} de la colle aux interfaces de collage.

Deux types essais de la mécanique de la rupture sont mis à contribution dans l'étude : des essais DCB et ENF.

2. Mise au point des essais

Un temps important est consacré à la définition d'un procédé de fabrication permettant d'obtenir des éprouvettes à la répétabilité acceptable. La mise en œuvre de la colle et les contraintes du design rendent la tâche délicate.

Les dimensions des barres métalliques doivent limiter la flexion. Le montage doit être suffisamment rigide pour ne pas induire de plastification des substrats. Cependant une raideur trop importante des adhérents peut aussi mener à une propagation trop rapide.

L'encollage est la partie critique de la fabrication des éprouvettes. Il détermine la qualité du collage et la répétabilité des éprouvettes. L'injection sous gravité est la technique retenue pour l'ensemble

Sens de cuisson

des éprouvettes assemblées. C'est le procédé qui insère le moins de défauts dans le plan de joint et permet un contrôle de son épaisseur.

L'injection de colle entre les barreaux métalliques nécessite au préalable un coffrage. Le coffrage doit être étanche, non polluant et permettre un écoulement de la colle dans tout le volume dédié au joint. Un mastic silicone aéronautique (réf. CAF 33 Bleustar Silicones) est utilisé pour assurer l'étanchéité du dispositif. Sa gamme de température opérationnelle couvre la température de polymérisation de la colle ce qui permet d'éviter de dégrader le mastic silicone dans le joint.

Une étude préliminaire permet de mettre au point le procédé de fabrication qui assure la meilleure répétabilité possible. L'étude est réalisée à partir de barreaux en aluminium non dorés, moins chers et plus disponibles.

Le Tableau III-1 rassemble les paramètres étudiés pour ajuster le procédé de fabrication.

Epaisseur d'un barreau	2mm	3mm	4mm
Séchage du coffrage	24h à l'ambiante	1h à 150°C	

Verticale

Tableau III-1: Paramètres testés pour la mise au point du procédé de fabrication des éprouvettes

Les prototypes DCB sont testés dans des conditions similaires à l'ambiante et pour une vitesse de chargement égale à 1mm/min. En fonction du bon déroulement de l'essai et du faciès de rupture (présence de colle dans tout le volume du joint), un procédé de fabrication est retenu.

Horizontale

Sur la tranche

L'éprouvette utilisée dans le reste de l'étude est le collage de deux barreaux de 150mm de long pour 20mm de large et 3mm d'épaisseur. La longueur utile attendue est d'environ 120mm. Les barreaux sont nettoyés à l'acétone systématiquement. L'écartement entre les barreaux est calibré à l'aide de cales plastiques placées au bord. L'épaisseur des joints de colle est fixée à 0.5mm. Les cales sont retirées après séchage du mastic silicone chargé du maintien de l'écartement des barreaux lors de l'injection.

L'injection est réalisée verticalement pour permettre un échappement de l'air et un remplissage le plus uniforme possible du volume du joint de colle. L'éprouvette est aussi maintenue verticale pendant la polymérisation pour garder un front de colle droit et faire migrer les produits moins denses issus de la phase de polymérisation de la colle hors de la partie utile. La polymérisation est faite à 150°C pendant 2 heures avant une redescente lente à l'ambiante.

Le silicone est retiré de l'éprouvette qui est nettoyée pour laisser apparaître le joint de colle au bord. Des talons, visibles à gauche sur la Figure III-1, sont collés à l'extrémité fissurée de l'éprouvette à l'aide d'un montage approprié.



Figure III-1 : Eprouvette DCB munie de talons

L'éprouvette est graduée pour permettre le suivi visuel de la longueur de fissure pendant l'essai. L'utilisation d'une jauge de fissure n'est pas suffisamment fiable à cause de l'épaisseur du joint de 0.5mm. Cela ne permet pas de juger du positionnement de la fissure dans l'épaisseur du joint ou à l'interface.

3. Réalisation des essais

3.1. Matrice d'essais

Afin de remplir les objectifs, un panel d'éprouvettes est fabriqué et testé en mode I et II. Elles sont répertoriées dans le Tableau III-2.

Tableau III-2: Eprouvettes DCB et ENF

	Kovar	Aluminium
D () . II	6 DCB	6 DCB
Dépôt d'or	10 ENF	10 ENF
Aucun dépôt	5 DCB	10 DCB

Le temps de préparation des éprouvettes ENF comprend le collage des barreaux et le pré craquage en mode I. De plus une estimation du taux de restitution d'énergie en mode II nécessite plusieurs éprouvettes avec des longueurs de fissure initiales différentes.

Les essais sur aluminium sont destinés à apporter un point de comparaison des grandeurs estimées sur les essais Kovar. Dans le cas d'une trop grande dispersion, il sera possible de multiplier les essais sur aluminium, moins cher et plus disponibles que les essais sur barreaux de Kovar.

3.2. Protocole d'essai DCB

Les essais DCB sont réalisés dans des conditions identiques pour tous les cas du plan. Avant l'ouverture en mode I des éprouvettes, une vérification de la longueur précise de la fissure initiale a_0 est réalisée à l'aide de la binoculaire.

L'éprouvette est montée sur l'outillage d'essai DCB composé de 2 axes logés dans les talons et pris dans les mors de façon à appliquer une charge verticale tout au long de l'essai. La machine est une Instron électromécanique munie d'une cellule de 5kN. Le montage est présenté en Figure III-2.



Figure III-2 : Montage de l'éprouvette de traction sur la machine d'essai et du suivi à la binoculaire

Un premier chargement de l'éprouvette est réalisé à 0.1mm/min. Après une légère chute d'effort et une propagation de la fissure d'au moins 5mm, le système est déchargé jusqu'à la position de repos. Cela permet d'éviter les instabilités dues au front du joint de colle obtenu par injection.

La vitesse de déplacement d'ouverture est prise égale à 0.5mm/min jusqu'à rupture de l'éprouvette. Pendant toute la durée de l'essai, le front de fissure est suivi visuellement à la binoculaire. L'image est régulièrement capturée et accompagnée du relevé du temps d'essai écoulé.

Les essais sont tous réalisés à température ambiante.

3.3. Protocole d'essai ENF

Les essais de flexion ou End Notch Flexure (ENF), sont réalisés dans des conditions identiques pour tous les cas du plan. Entre 3 et 5 éprouvettes sont pré fissurées en mode I à l'aide du montage DCB jusqu'à atteindre une longueur de fissure initiale a_0 entre 15 et 35 mm.

Un essai ENF est instable. C'est pourquoi, au moins 3 longueurs de fissures initiales différentes sont nécessaires pour caractériser l'énergie nécessaire pour propager la fissure en mode II d'après le principe de variation de la complaisance avec la fissuration.

Les éprouvettes sont montées dans le dispositif de flexion 3 points comme illustré en Figure III-3.



Figure III-3 : Photographie d'un essai ENF des éprouvettes de Kovar symétriques

La vitesse de déplacement imposée est de 0.5mm/min à température ambiante.

4. Résultats

4.1. Etude préliminaire sur éprouvettes en aluminium

Essais DCB

La méthode de calibration de la complaisance des éprouvettes est choisie pour évaluer le taux de restitution d'énergie en mode I. L'hypothèse repose sur l'expression de la complaisance C suivant la loi :

$$C = C_0 a^n \tag{III-1}$$

Le G_{Ic} est déterminé à l'aide de la variation de la complaisance due à la fissuration telle que :

$$G_I = rac{F^2}{2b} rac{dC}{da}$$
 (III-2) $G_{Ic} = rac{nF\delta}{2ba}$

Avec δ l'ouverture de l'éprouvette (correspond au déplacement machine), F est l'effort au moment de la propagation de fissure de longueur totale a, b est la largeur des éprouvettes DCB.

Les essais réalisés sur éprouvettes en aluminium présentent un facies de rupture adhésive. La Figure III-4 regroupe les données de 3 essais effectués pour des longueurs de fissure initiales différentes.

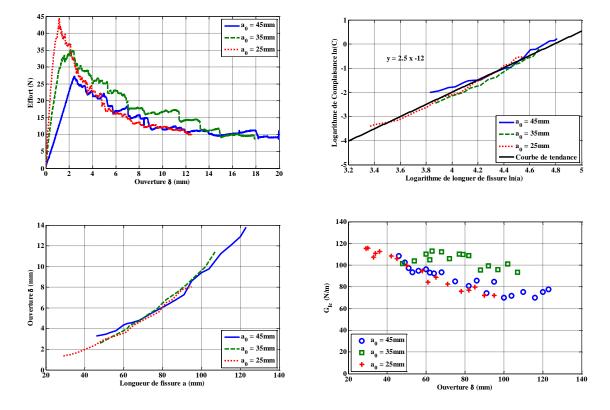


Figure III-4: Résultats d'essais DCB sur éprouvettes d'aluminium non dorées

La complaisance est calibrée à $n=2.5\,\mathrm{pour}$ les 3 essais DCB.

Le G_{Ic} moyenné sur l'ensemble des résultats atteint 100 N/m. Le faciès de rupture visible en Figure III-5 montre clairement une rupture adhésive.



Figure III-5 : Faciès de rupture des éprouvettes d'aluminium non dorées

La Figure III-6 montre la courbe effort – déplacement d'un essai DCB sur assemblage en aluminium doré.

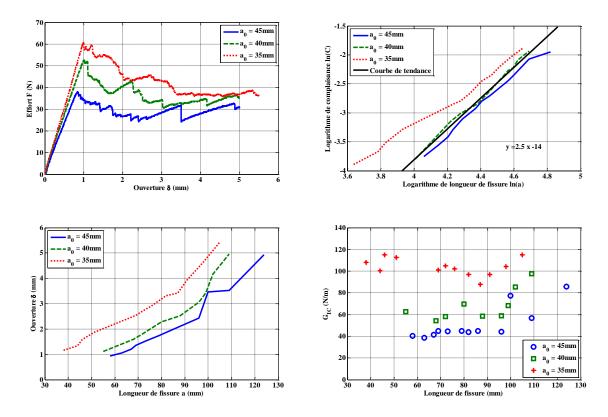


Figure III-6: Résultats d'essais DCB sur éprouvettes d'aluminium dorées

Le G_{Ic} moyenné sur l'ensemble des résultats sur aluminium doré atteint 80 N/m.

Essais ENF

Les essais de mode II ne sont réalisés que sur des éprouvettes en aluminium revêtu d'une couche d'or. Une forte dispersion rend malheureusement l'évaluation du taux de restitution d'énergie en mode II compliquée.

La méthode de complaisance modifiée est utilisée pour tous les essais ENF. Elle repose sur l'expression de la complaisance ${\cal C}$ suivante :

$$C = ma^3 + C_0 (III-3)$$

Avec a la longueur de fissure et m et C_0 des coefficients à identifier à l'aide de 3 à 5 essais.

Une courbe de résistance est obtenue à partir des coefficients identifiés :

$$G_{II} = \frac{3ma^2P^2}{2b} \tag{III-4}$$

La Figure III-7 présente l'évaluation du G_{HC} à l'aide de 3 éprouvettes en aluminium doré.

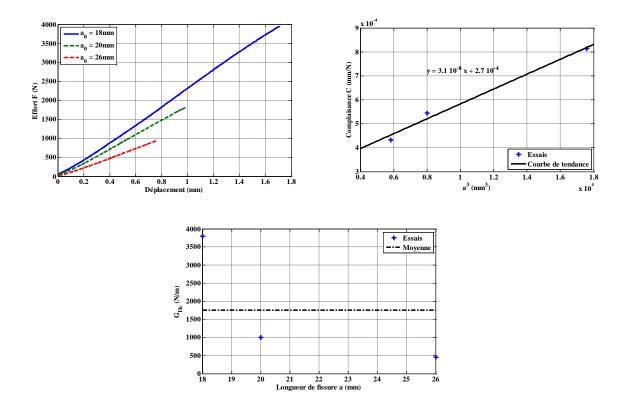


Figure III-7: Résultats d'essais ENF sur éprouvettes d'aluminium dorées

Malgré une forte dispersion une valeur moyenne du G_{IIC} est estimée à 1800 N/m sur l'ensemble des résultats.

4.2. Résultats d'essai sur éprouvettes en Kovar

Essais DCB

Les essais en mode I des éprouvettes de Kovar sans revêtement présentent des modes de fissuration différents. La Figure III-8 montre les écarts de comportement de 3 éprouvettes sur les courbes effort – déplacement.

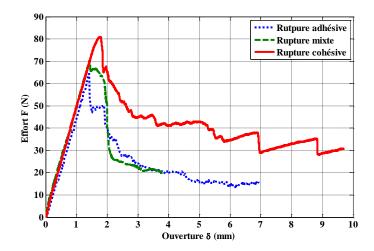


Figure III-8 : Résultats d'essai de 3 éprouvettes de Kovar sans revêtement doré

Les taux de restitution d'énergie en mode I sont estimés à l'aide de la même méthode de complaisance modifiée que pour les essais préliminaires sur aluminium. Le G_{Ic} correspondant à la rupture cohésive est estimé à environ 140 N/m. Le facies de la Figure III-9 montre la présence de colle sur les deux barreaux de l'éprouvette de gauche.

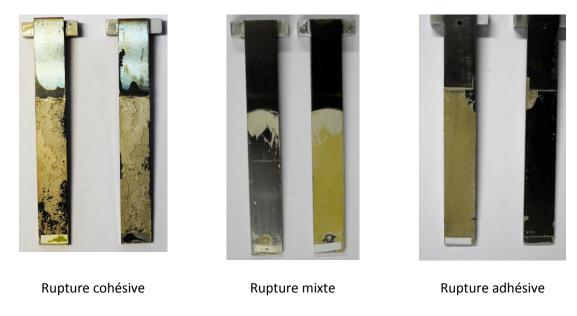


Figure III-9 : Facies de rupture des éprouvettes DCB de Kovar sans revêtement doré

L'éprouvette au centre affiche une fissuration cohésive au tout départ de l'essai à partir du front du joint de colle. La fissuration est essentiellement adhésive sur le reste de l'éprouvette. Le G_{Ic} correspondant à la rupture adhésive est estimé à 80 N/m et correspond au faciès de l'éprouvette de droite caractéristique d'une rupture adhésive.

La campagne se poursuit avec la réalisation des essais DCB sur barreaux de Kovar dorés. Le comportement des éprouvettes pendant l'essai est relativement irrégulier en comparaison des essais sur aluminium. L'alternance de phases de chargement de la pointe de fissure et de propagation brutale avec chute d'effort instantanée rend l'interprétation des données difficile.

La Figure III-10 regroupe les résultats de 3 essais différents à partir desquels un calcul de G_{Ic} est possible.

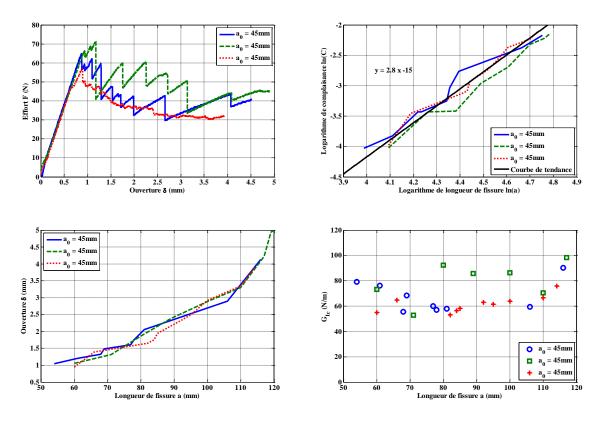


Figure III-10 : Résultats d'essais DCB sur éprouvettes de Kovar dorées

La valeur moyenne du G_{Ic} sur l'ensemble des résultats atteint 70 N/m. La photographie du faciès de rupture disponible en Figure III-11, montre une rupture essentiellement adhésive. C'est le cas de toutes les éprouvettes de Kovar doré.



Figure III-11 : Facies de rupture adhésive d'une éprouvette de Kovar dorée

Essais ENF

L'évaluation du taux de restitution d'énergie en mode II nécessite un nombre important d'éprouvettes. L'assemblage des barreaux, le pré craquage et la réalisation des essais ENF demande un temps considérable. De plus, la maitrise de la longueur de la fissure initiale conditionne en partie la qualité de l'essai. Cela ajoute de la dispersion aux résultats expérimentaux et complique l'estimation du G_{IIc} .

Pour toutes ces raisons, les efforts sont naturellement concentrés autour de la caractérisation en mode II de la tenue de la colle à l'interface du Kovar avec revêtement d'or. Aucun essai satisfaisant n'est disponible pour l'interface non dorée.

La Figure III-12 présente les résultats d'essais ENF de 3 éprouvettes de Kovar dorées. La méthode de complaisance modifiée est une nouvelle fois utilisée comme pour les éprouvettes en aluminium.

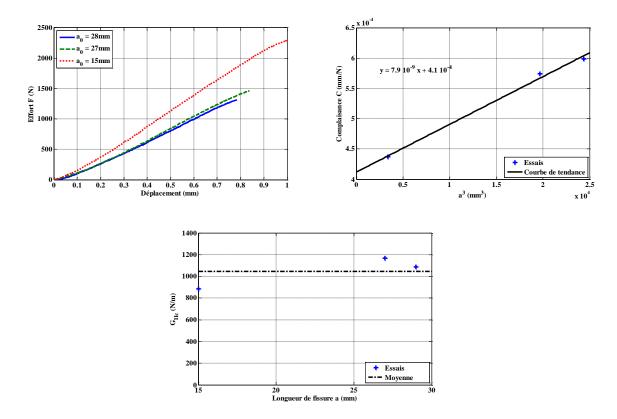


Figure III-12 : Résultats d'essais ENF sur éprouvettes de Kovar dorées

Le G_{IIc} moyenné sur l'ensemble des essais atteint 1000 N/m.

5. Bilan

Le caractère dispersif de la colle chargée, combiné aux difficultés de suivi ou encore au comportement sensiblement différent en fonction des matériaux assemblés, aboutissent à des résultats à interpréter avec précaution. Cependant il est possible de tirer plusieurs conclusions de ces essais.

Le revêtement d'or joue un rôle considérable dans la tenue du collage car il semble être à l'origine d'une rupture adhésive systématique en mode I. Les seules ruptures cohésives constatées pendant l'étude proviennent d'assemblages non dorés.

L'influence du revêtement doré du support Kovar sur le taux de restitution d'énergie reste relativement limitée dans le cas d'une propagation de fissure aux interfaces de collage (i.e. adhésive). Le diagramme barre de la Figure III-13 donne les différences de tenue à la fissuration en fonction des cas testés dans cette étude en séparant les propagations de fissure cohésives d'une part et en détaillant les résultats par configuration pour les autres.

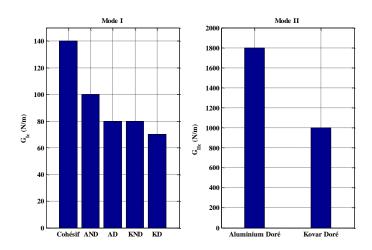


Figure III-13 : Ecarts des taux de restitution d'énergie mesurés entre les cas d'assemblages métalliques collés de l'étude.

Les résultats montrent que la tenue des collages sur aluminium est meilleure que pour des collages sur Kovar dans le cas d'une propagation de fissure aux interfaces dorées. Deux interprétations sont possibles :

- L'affinité de la colle avec l'aluminium permet une meilleure adhésion qu'avec le Kovar.
- L'écart entre les coefficients de dilatation thermique des adhérents et la colle induit moins de contraintes résiduelles de polymérisation dans le cas de l'aluminium et peut-être alors une meilleure tenue.

L'estimation du taux de restitution d'énergie critique en mode I et II à l'interface Colle – Kovar doré fournit un ordre d'idée de la performance de la colle en mode I : 80 N/met en mode II sur une interface métallique revêtue d'or : 1000 N/m.

Il n'a pas été possible de caractériser de la même façon l'interface d'un composant d'alumine polirectifié doré à cause de la raideur et de la fragilité des plaques céramiques, et de la difficulté d'en obtenir en grandes dimensions. Les valeurs du G_{Ic} et du G_{IIc} du bi-matériau colle-MIC seraient probablement inférieures à celles mesurées pour le système colle – Kovar de par l'état de surface de la céramique, notamment quand celle-ci est polie-rectifiée. Les résultats de ce chapitre serviront cependant de points de comparaison dans la suite des travaux.

CHAPITRE IV. ETUDE DE L'ASSEMBLAGE COLLE

Ce chapitre traite de la caractérisation des mécanismes de fatigue qui apparaissent dans l'assemblage lors des essais thermiques. Cette étape cruciale de la démarche générale est nécessaire pour extraire une variable de fatigue caractéristique du scénario de fatigue (ou mode de défaillance) identifié. Il restera ensuite à se donner différents niveaux de fatigue pour évaluer les paramètres expérimentaux d'une loi de fatigue, objet du chapitre V.

1. Introduction

Ce chapitre regroupe l'ensemble des travaux de caractérisation de l'assemblage collé et d'identification des mécanismes de fatigue. Un mécanisme de fatigue comprend, d'une part, le mode de défaillance privilégié responsable de la fatigue de l'assemblage et, d'autre part, les facteurs influents qui activent ou accélèrent la défaillance. Ces deux points constituent les objectifs principaux du chapitre.

Il se divise en 2 approches différentes illustrées en Figure IV-1 et qui retracent le cheminement des investigations menées pour répondre aux objectifs du chapitre.

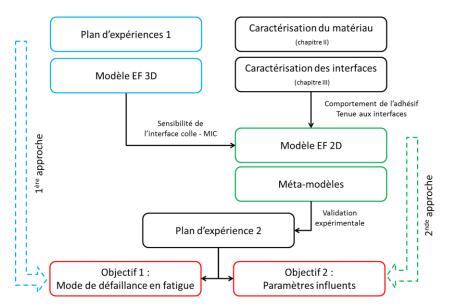


Figure IV-1 : Cheminement des 2 approches suivies pour répondre aux 2 objectifs de caractérisation de l'assemblage collé.

L'objectif principal de la première approche développée est d'identifier des phénomènes susceptibles de produire la défaillance constatée sur les grandes MIC d'après les observations de l'industriel, à la fois par analyse numérique et expérimentale. L'analyse numérique porte sur l'effet bilame et les gradients thermiques qui s'installent pendant un cycle thermique. Une modélisation 3D de l'assemblage est réalisée dans ce but. L'approche expérimentale consiste en un plan d'expériences sur différents paramètres de report qui doit permettre à la fois d'observer une première fois la défaillance et ses conditions d'apparition et aussi de récupérer les données de température permettant de faire le recalage des essais thermiques.

Les résultats des essais de ce premier plan d'expériences et ceux présentés au chapitre 3 ont mené à changer d'approche et à considérer en priorité la faiblesse des interfaces, et en particulier celle entre la colle et le composant céramique poli-rectifié doré.

La seconde approche débute par la mise en place d'un modèle 2D éléments finis simplifié qui concentre l'analyse à l'interface de la MIC. A l'aide d'outils numériques, le chargement à l'interface est caractérisé en fonction de la géométrie, du chargement extérieur et des défauts issus du procédé de collage. Une hiérarchie des facteurs prépondérants est proposée et validée expérimentalement à l'aide d'un second plan d'expériences.

Un mécanisme de fatigue est finalement proposé en conclusion pour une caractérisation en fatigue qui sera entreprise au chapitre V.

2. Première approche

2.1. Plan d'expériences 1

Le premier plan d'expériences reprend des éléments d'une étude préliminaire menée par l'industriel qui a laissé supposer qu'une fatigue plus rapide touchait les composants de grande taille. Dans cette étude, seul l'impact des dimensions des composants sur le nombre de cycles à rupture avait été étudié. Le plan d'expériences 1 reprend ce facteur, mais en considère d'autres susceptibles de participer à l'accélération de la fatigue en étuve.

2.1.1. Objectifs

Le plan d'expérience n°1 doit permettre, dans un premier temps, d'observer la défaillance du collage de composants céramiques de tailles différentes et de confirmer les informations recueillies sur les effets de taille.

Le second objectif consiste à pouvoir caractériser l'influence des singularités géométriques (coins des composants, manques de colles) qui sont le siège de fortes concentrations de contraintes.

Le dernier objectif de ce plan d'expériences répond au besoin d'identification des facteurs influents sur le mécanisme de fatigue. Plusieurs conditions de report par collage sont testées : motif de dispense, préparation de surface.

2.1.2. Matrice d'essais

Les facteurs du plan d'expériences sont donc certains paramètres géométriques, la préparation de surfaces et le procédé de collage automatique.

A chaque facteur du plan sont attribués des niveaux. Il est préférable de prendre les niveaux suffisamment distincts pour que l'effet du facteur puisse être détecté. Le nombre de niveaux par facteur et le nombre de facteurs déterminent la taille du plan d'expériences. La taille du plan d'expériences doit rester raisonnable pour qu'il soit réalisable expérimentalement. C'est pourquoi seulement 2 niveaux sont attribués à chacun des facteurs. Le Tableau IV-1 détaille les niveaux de

chaque facteur référencé pour aider au repérage des collages. Par exemple, une MIC de 9x9 mm polie-rectifiée dorée reportée sur Kovar sans traitement de surface et sans le collage des coins, avec un motif « Spirale » est référencée par TOS1MOC1D1.

Tableau IV-1 : Détails du plan d'exéprience n°1

Réf	Facteurs	Niveau 0	Niveau 1
Т	Taille de MIC	9x9 mm x 0.635mm	27x27 mm x0.635mm
M	Métallisation des surfaces MIC et support	Sans revêtement	Avec dorure
S	Rectification des surfaces MIC et support	Sans rectification	Avec rectification
С	Surface de collage	Intégrale	Sans coin
D	Type de dispense	« Spirale étalée »	« Spirale »

Afin d'attribuer le même poids à tous ces paramètres, il faut reproduire chaque combinaison des conditions de report envisageable, soit 32 cas différents. Pour prendre en compte la variabilité des résultats, il est conseillé de répéter 3 fois le même cas. Cela représente un total de 92 échantillons. C'est un nombre important d'échantillons pour une étude préliminaire.

Pour limiter le nombre d'essais, un plan fractionné proposé par Tagushi [75], [76], [77] est mis en place. Le plan fractionné correspondant à 5 facteurs de 2 niveaux est la matrice d'essais du Tableau IV-2 appelée L16.

Tableau IV-2 : Plan fractionné L16 de Taguchi

	S	М	SM	D	SD	MD	СТ	С	sc	МС	DT	DC	MT	ST	Т
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1	1	1	1	1
3	0	0	0	1	1	1	1	0	0	0	0	1	1	1	1
4	0	0	0	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0
5	0	1	1	0	0	1	1	0	0	1	1	0	0	1	1
6	0	1	1	0	0	1	1	1	1	0	0	1	1	0	0
7	0	1	1	1	1	0	0	0	0	1	1	1	1	0	0
8	0	1	1	1	1	0	0	1	1	0	0	0	0	1	1
9	1	0	1	0	1	0	1	0	1	0	1	0	1	0	1
10	1	0	1	0	1	0	1	1	0	1	0	1	0	1	0
11	1	0	1	1	0	1	0	0	1	0	1	1	0	1	0
12	1	0	1	1	0	1	0	1	0	1	0	0	1	0	1
13	1	1	0	0	1	1	0	0	1	1	0	0	1	1	0
14	1	1	0	0	1	1	0	1	0	0	1	1	0	0	1
15	1	1	0	1	0	0	1	0	1	1	0	1	0	0	1
16	1	1	0	1	0	0	1	1	0	0	1	0	1	1	0

Ce plan d'expériences prévoit 16 essais différents qui permettent d'étudier l'influence des 5 facteurs seuls (colonnes grisées) ainsi que de leurs interactions (colonnes blanches). Chaque essai est reproduit 3 fois pour prendre en compte la variabilité des résultats, soit un total de 48 collages à réaliser.

2.1.3. Réalisation des véhicules tests

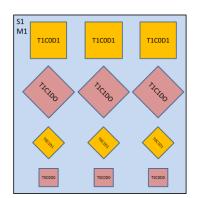
Le design des éprouvettes reprend les caractéristiques de celles de l'étude préliminaire réalisée par l'industriel :

1) Un support commun à plusieurs reports.

Pour limiter le coût et le nombre de manipulations pendant les essais, quatre supports accueillent l'ensemble des 48 collages répartis suivant les facteurs de surface (S) et de métallisation (M). Ces véhicules de test (ou VT) nécessitent donc seulement une préparation de surface par plaque.

2) Les dimensions du support de Kovar.

Les plaques de Kovar font 185mm de long pour 170mm de large et 5mm d'épaisseur. La Figure IV-2 montre la disposition des collages sur la plaque référencée S1M1. Une plaque rassemble 4 cas différents rangés sur 4 lignes et répétés 3 fois sur 3 colonnes. Les autres schémas associés aux photographies des VT sont disponibles en annexe B.1.



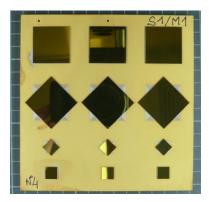


Figure IV-2 : Répartition de 4 cas répétés 3 fois sur une plaque de Kovar (VT S1M1)

Les MIC placées à 45° correspondent aux cas sans collage des coins (paramètre C1) comme illustré en Figure IV-3.

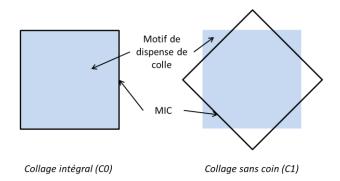


Figure IV-3 : Dépose biaisée des composants afin d'éviter le collage des coins (facteur C)

3) Le motif de dispense automatique.

Le motif en spirale, couramment utilisé chez Thales, est repris pour le collage des VT. Toutefois, la spirale est étalée manuellement après dispense, dans le but de limiter la présence de défauts (niveau 0 du facteur D du plan) dans le joint de colle, ces défauts étant par exemple des bulles d'air.

4) La dépose automatique.

La dépose du composant sur la zone encollée est réalisée à la même pression pour tous les cas du plan. L'effort maximal du robot de dépose est plafonné à 3N. Cela signifie que pour appliquer une pression identique aux petites et grandes MIC, un appui manuel extérieur au procédé automatique est réalisé à l'aide d'un poinçon calibré dans le cas grande MIC. L'épaisseur du joint obtenue atteint 80µm à l'issue de cette opération et est environ 20% inférieure aux estimations habituelles de l'industriel.

2.1.4. Contrôles des collages

La microscopie acoustique est le moyen de contrôle non destructif privilégié dans ces travaux de thèse. Il permet de connaître la répartition de colle sous le composant et les zones de plus faible densité à l'interface.

Principe du microscope acoustique à balayage

Le principe du microscope acoustique à balayage (ou MAB) est similaire au microscope électronique à balayage (ou MEB). Il est basé sur la mesure de l'énergie d'un signal diffracté lorsqu'il y a un changement des propriétés du milieu. Dans le cas du MAB, il s'agit de la variation d'impédance acoustique Z du milieu exprimée par :

$$Z = \rho C \tag{IV-1}$$

Où ρ est la densité du matériau et C la vitesse de propagation d'une onde acoustique dans ce milieu.

Le signal incident est généré à l'aide d'un transducteur acoustique de 50 MHz placé perpendiculairement à l'échantillon.

La brusque variation de densité à une interface bi-matériau provoque la diffraction du signal acoustique. Une partie de l'onde est réfléchie sous forme d'écho, l'autre partie est transmise avec une énergie plus faible. Les analyses par transmission utilisent des récepteurs placés de l'autre côté de l'échantillon par rapport à l'émetteur et mesure l'énergie de l'amplitude de l'onde transmise. A l'inverse les analyses par réflexion emploient un récepteur proche de la source émettrice pour mesurer l'amplitude des échos au retour.

Une onde acoustique incidente est balayée sur l'échantillon à analyser (en gris sur la Figure IV-4).

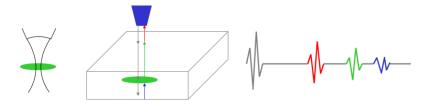


Figure IV-4 : Schéma du principe de Microscope Acoustique à Balayage [78]

Pour assurer la bonne transmission de l'onde acoustique, l'échantillon est placé dans l'eau. Un premier écho est donc enregistré lorsque l'onde générée passe du transducteur à l'eau (en gris sur la Figure IV-4). Le second écho (en rouge) est le changement de densité entre l'eau et l'échantillon. Si le premier écho (en gris) sert d'origine temporelle, le second écho (en rouge) est utilisée pour la mesure du temps de vol (ou TOF pour Time Of Flight). C'est un paramètre important de l'analyse qui sert à la focalisation du microscope. Tous les échos suivants (en vert sur la Figure IV-4) sont des variations de densité au sein de l'échantillon, c'est-à-dire des interfaces comme par exemple MIC – colle ou colle – Kovar. Dans le cas du microscope acoustique, l'onde est focalisée dans une zone d'intérêt d'une précision de 5μm dans la profondeur illustrée par une ellipse verte sur la Figure IV-4.

Plusieurs techniques d'analyse existent. Le A-scan est le profil acoustique en un point de l'échantillon traversé par l'onde acoustique. Il permet la détection d'un défaut par l'apparition d'un écho supplémentaire comme illustré en Figure IV-5.



Figure IV-5 : Analyse de type A-scan pour la détection de défauts [78]

Ce type d'analyse peut être répété plusieurs fois dans une direction, ce qui permet de localiser le défaut sur la ligne décrite par le transducteur acoustique. C'est le B-scan illustré en Figure IV-6.

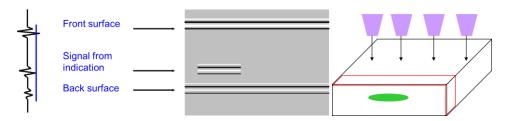


Figure IV-6: Analyse de type B-scan pour la localisation sur une direction [78]

De la même façon, l'enregistrement du profil acoustique peut être fait sur les 2 directions du plan normal. Cette technique est appelée le C-scan et nécessite d'échantillonner la mesure sans quoi il est difficile d'interpréter le résultat.

L'échantillonnage est représenté en Figure IV-7 par 2 délimiteurs verts placés à 264 ms et 296ms pour une bande passante de 32 ms. Cela permet de ne prendre en compte que l'amplitude de l'écho ciblé à la couche correspondante.

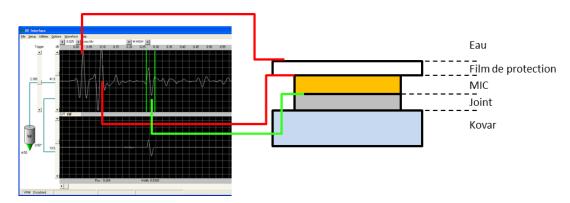


Figure IV-7: Exemple d'échantillonage à l'interface colle – MIC à 264ms pour une largeur de 32ms [78]

Les échantillons doivent être plongés dans l'eau pour être contrôlés au MAB. L'infiltration d'eau dans le collage peut le dégrader. C'est pourquoi, un film protecteur est utilisé pour assurer l'étanchéité du collage. Il s'agit d'un film PTFE à faible adhérence. La colle dont il est recouvert permet d'établir la liaison acoustique tout en pouvant être retiré sans dommage pour le report collé.

Il est important pour la qualité du cliché de chasser délicatement l'air entre le film et les MIC. Dans le cas contraire, cela produit une absorption totale de l'onde à l'emplacement de la bulle avec comme résultat la présence d'un artefact sur le cliché quel que soit l'échantillonnage, artefact qui peut fausser l'interprétation des résultats (cf. Figure IV-8 à gauche). Le film de protection insère un double changement d'impédance acoustique à cause des interfaces eau – film et film – MIC. Non seulement il faut prévoir une atténuation du signal mais aussi des artefacts dus aux variations d'épaisseur du film comme par exemple des traces de manipulation qui apparaissent sous la forme de trainées claires visibles sur le C-scan de droite en Figure IV-8. Néanmoins c'est le moyen de caractérisation le plus sûr de la qualité de l'interface MIC – colle.

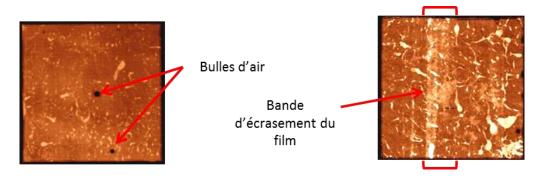


Figure IV-8 : Présence de bulles d'air à gauche et d'une bande d'écrasement du film de protection à droite

Au sein du joint de colle les défauts, bulles ou fissures, ne sont pas détectables efficacement à l'aide du MAB pour plusieurs raisons. Les fissures sont souvent trop petites et ne produisent pas la variation d'impédance acoustique mesurable au MAB. La focalisation du microscope acoustique ne permet pas non plus de s'abstenir des variations d'impédance acoustique des plans supérieurs par lesquels l'onde est difractée. Les variations énergétiques causées par l'interface MIC – colle, faussent toute interprétation des analyses à cœur.

De la même façon, le C-scan de l'interface colle – Kovar est difficilement interprétable en balayant l'onde acoustique sur la face du dessus. Il est nécessaire de réaliser le C-scan par la face du dessous

de l'échantillon. Cependant, la profondeur de pénétration de l'onde acoustique est limitée et l'épaisseur du support de 5mm ne permet pas ce contrôle.

Etat initial

Il n'existe pas de moyen de suivi en étuve qui permette de détecter l'instant de défaillance des collages au cours de l'essai. Un contrôle à intervalles réguliers de tous les échantillons est nécessaire. Un C-scan de référence à l'instant initial est réalisé pour les 4 VT. La Figure IV-9 présente un cliché MAB du VT référencé S1M1 comportant les cas 13 à 16 de la matrice d'essais du plan d'expériences 1.

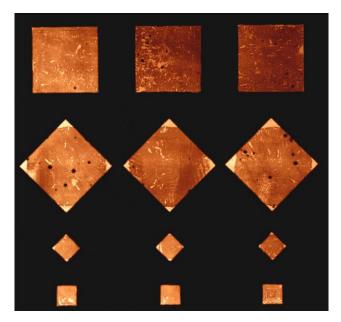
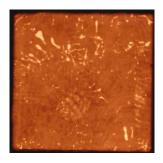


Figure IV-9 : C-scan du véhicule test S1M1 à l'instant initial

L'état général est satisfaisant avec des collages conformes. Les défauts sont bien répartis, dans le cas de motifs étalés, et de taille plus réduite qu'avec la spirale standard (cf. Figure IV-10).



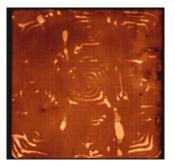


Figure IV-10 : C-scans de T1C0D0S0M1 (à gauche) et T1C0D1S0M0 (à droite)

Le second paramètre utilisé pour l'étude de l'influence des singularités géométriques est le collage des coins. Là aussi, les cas concernés sont tous bien réalisés comme le montre la Figure IV-11.



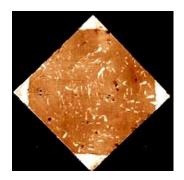


Figure IV-11 C-scans de T0C1D1S0M0 (à gauche) et T1C1D0S0M0 (à droite)

Le contrôle non destructif comprend aussi l'analyse visuelle des ménisques. Cela fait partie du contrôle qualité systématiquement imposé à tous les produits.

Une photographie de l'état initial des ménisques est réalisée pour tous les collages. La Figure IV-12 présente un exemple de ménisque de joint d'une MIC intégralement collée (cliché a) et d'une autre sans le collage des coins (cliché b).

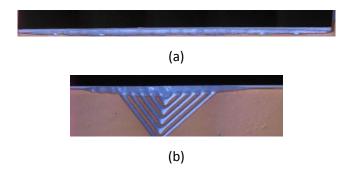


Figure IV-12 : Exemples de contrôle visuel des ménisques réalisés sur l'ensemble des collages

Aucun des ménisques inspectés n'est fissuré. Il n'y a pas non plus de délaminage au niveau de l'arrête de la MIC ou de la surface du support. Cependant, les ménisques présentent tous des irrégularités en surface. Ces aspérités visibles en Figure IV-12, semblent venir de l'échappement de l'air emprisonné par le motif de dispense et expulsé à l'étape de dépose du composant. La Figure IV-13 permet de faire le lien entre certaines porosités détectées au MAB et les trous visibles dans le ménisque.

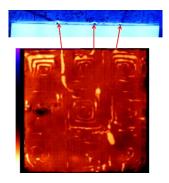


Figure IV-13: L'échappement d'air pendant la polymérisation endommage les ménisques

Ces irrégularités visibles sur les ménisques sont habituellement un critère de rejet dans le cas des applications industrielles. Cependant, l'origine du problème semble venir du procédé avant cuisson. Il

n'est pas dû à un chargement mécanique du collage. C'est pourquoi, les véhicules de test sont validés pour l'essai.

2.1.5. Instrumentation et protocole expérimental

Le vieillissement en étuve des 4 VT a été réalisé suivant la norme ESA [1] pour la qualification thermique des empilements électroniques. La seule différence est que l'essai en étuve commence par le palier chaud. Cela permet d'évacuer l'humidité contenu dans l'assemblage par évaporation sous une atmosphère d'azote sec.

Les consignes en température et temps de palier sont ajustées en fonction de l'inertie thermique des éprouvettes de manière à ce qu'elles atteignent les températures de palier en 10 min maximum. Si le palier est atteint en moins de temps, l'échantillon est maintenu à température jusqu'au bout des 10 min avant d'être de nouveau transféré. Le transfert entre les paliers se fait à l'aide d'un ascenseur qui porte les échantillons d'une chambre à l'autre en moins d'une minute.

Ce type d'essai de qualification thermique ne nécessite pas habituellement d'instrumentation particulière à l'exception d'un thermocouple placé sur le support. Cependant, dans le cadre de ce premier plan d'expérience réalisé dans les enceintes climatiques de Thales, une instrumentation plus fine est mise en œuvre. Il s'agit d'équiper plusieurs collages (une grande et une petite MIC pour chaque VT) de deux thermocouples.

La Figure IV-14 schématise la disposition au centre de l'empilement des deux thermocouples sur un assemblage. Un perçage de 1mm de diamètre et 4mm de profondeur a été prévu dans les supports de manière à mesurer la température au plus près du collage en évitant les échanges convectifs.

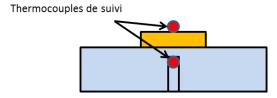


Figure IV-14 : Schéma d'une coupe tranverse d'un empilement instrumenté de 2 thermocouples

La température mesurée par chaque thermocouple est relevée toutes les 5 sec. La durée totale de la campagne est d'environ 6 mois. La fréquence de prélèvement pour contrôle varie en fonction des résultats d'analyse MAB. Le Tableau IV-3 détaille les différents prélèvements réalisés pendant la campagne de fatigue.

Tableau IV-3 : Etapes de contrôle des échantillons du plan d'expériences n°1

Nombre de chocs au prélèvement	Contrôles				
	MAB groupés				
Etat initial	MAB individuels				
	Inspection des ménisques				
20, 100, 210, 340, 540, 740, 940, 1140	MAB groupés				
4460	MAB groupés				
1460	MAB individuels				
	MAB groupés				
1760	MAB individuels				
	Inspection des ménisques				

2.2. Analyses des résultats

2.2.1. Sorties du plan d'expériences 1

Les 4 VT ne présentent aucune MIC décollée. Aucun signe extérieur de défaillance n'est visible, pas même lors de l'inspection visuelle des ménisques. Ces empilements comptabilisent pourtant un total de 1760 chocs thermiques imposés suivant la norme ESA (celle de rigueur pour la qualification des reports).

Le véhicule de test référencé S1M1 regroupant les collages sur surfaces rectifiées et dorées est le seul à présenter une évolution de densité de certaines zones des clichés C-scan de l'interface colle – MIC. Cela s'apparente à un décollement diffus.

La Figure IV-15 compare le MAB du collage C2 de ce VT à l'état initial et au cours des prélèvements.

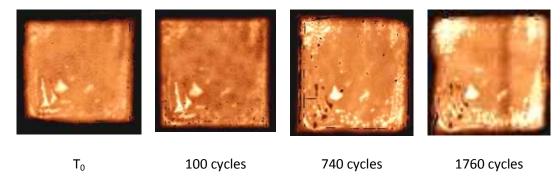


Figure IV-15 : Evolution des échos MAB à l'interface MIC du composant S1M1 C2

L'apparition des décohésions commence dès 740 cycles sur la périphérie des MIC. Tous les empilements du VT S1M1 présentent la même évolution au MAB. Il n'y a pas de distinction particulière dans l'apparition de ce phénomène entre les petites et grandes MIC.

Les zones les plus touchées se trouvent dans les coins, aux bords et autour des porosités. Ainsi la Figure IV-16 montre une distribution d'échos suspects apparus après vieillissement dans ces zones pour le cas A1.

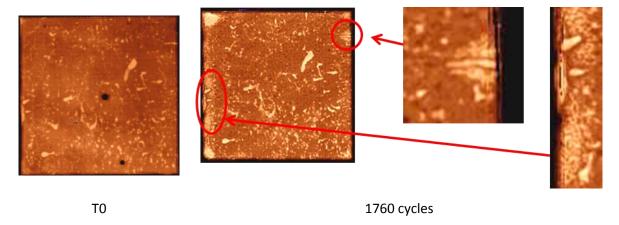


Figure IV-16: Concentration des anomalies autour des manques et bords du collage du cas A1

L'analyse des coupes, au microscope et par micrographie permet de confirmer l'apparition de délaminages dans les zones concernées à l'interface de la MIC (cf. Figure IV-17).

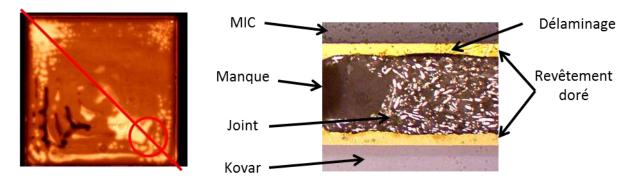


Figure IV-17 : Présence de zones délaminées proches des bords libres confirmée sur les coupes transverses de D1 après 1760 chocs

Une zone délaminée au voisinage d'un manque de colle est parfaitement visible sur la micrographie de la coupe transverse (trait rouge) d'un joint de 40µm. Il n'est pas possible d'établir la présence de tels défauts sur l'interface du Kovar car le support est trop épais pour permettre une analyse MAB.

2.2.2. Collage sur supports fins

La rigidité et l'inertie thermique des premières plaques de Kovar du plan d'expériences 1 pourraient expliquer la tenue dont ont fait preuve les collages.

L'objectif de cette campagne d'essai complémentaire est donc de déterminer si les défauts présents à l'interface MIC – colle sont aussi visibles à la seconde interface de collage colle – Kovar et de vérifier si l'inertie thermique de support de 5 mm d'épaisseur joue un rôle sur leur apparition.

Compte tenu des premiers résultats du plan d'expériences 1, deux véhicules de test supplémentaires sont fabriqués et joints aux premiers pour être vieillis en étuve. Les conditions de report correspondent aux cas S0M1 et S1M1 du plan d'expériences, c'est-à-dire que seuls les cas de collage sur surfaces dorées sont testées.

La seule modification par rapport aux premiers véhicules de test concerne les dimensions des supports de Kovar. Les nouveaux véhicules de test font 120mm de long, 60mm de large et 1 mm d'épaisseur. Ils sont référencés FINE S1M1 et FINE S0M1 visible en Figure IV-18.



Figure IV-18 : Véhicule test de vérification FINE S0M1

Les MIC sont collées suivant le même procédé que pour le premier plan d'expériences. Les grandes MIC de 27x27mm sont déposées avec un effort manuel exercé en dehors de la machine de dépose automatique. Les différents cas de dispense et de collage des coins sont représentés sur chaque VT.

Le contrôle initial au MAB montre une qualité de réalisation de ces VT inférieure aux précédents (cf. Figure IV-19). Les porosités détectées au MAB sont moins bien distribuées, notamment pour le motif étalé (au centre). Un problème d'écoulement avant polymérisation sur les collages sans coin de droite crée une zone de défaut importante. Des contrôles MAB de la seconde interface de collage sont réalisés grâce à la plus faible épaisseur de ces plaques de Kovar. Le transducteur de 50MHz peut scanner par la face du dessous sans problème d'atténuation des échos.

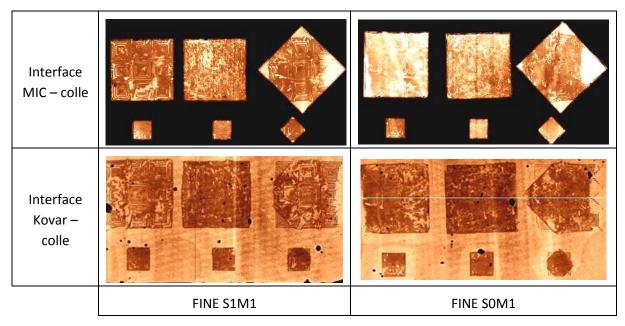


Figure IV-19 : C-scans de l'interface MIC-colle et Kovar-colle des véhicules de test sur supports fins à l'état initial

Les deux VT sont joints aux éprouvettes du plan d'expériences n°1 en étuve. Il n'y a pas d'instrumentation particulière excepté un thermocouple collé sur le support sur la face supérieure.

Profils thermiques

La différence de masse entre les deux types de VT produit des profils thermiques très différents pour un même cycle en étuve (cf. Figure IV-20).

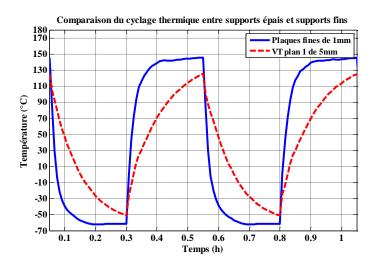


Figure IV-20 : Effet de l'inertie thermique par rapport aux consignes de température imposées

Les plaques fines atteignent la température de palier environ 5 min après le transfert d'une étuve à l'autre. Ils subissent donc un cycle thermique plus sévère en termes de gradients de température et de temps passé aux paliers. Les niveaux de ces paliers sont aussi plus sévères car l'étuve est réglée entre 2 seuils situés au-delà des consignes standards, de manière à appliquer un cycle thermique conforme aux plaques épaisses.

Rupture – endommagement

Les deux véhicules de test ont subi au total 1130 cycles thermiques de ce type. Aucune MIC ne s'est totalement décollée. L'analyse MAB montre un décollement similaire de l'interface MIC – colle. Ces zones d'endommagement présentent la même distribution que pour le premier VT S1M1 précédent.

Un MAB de contrôle de l'interface colle – Kovar après vieillissement en étuve ne montre aucune évolution de ce côté du collage en comparaison de l'interface MIC – colle et de leur état initial comme le montre la Figure IV-21.

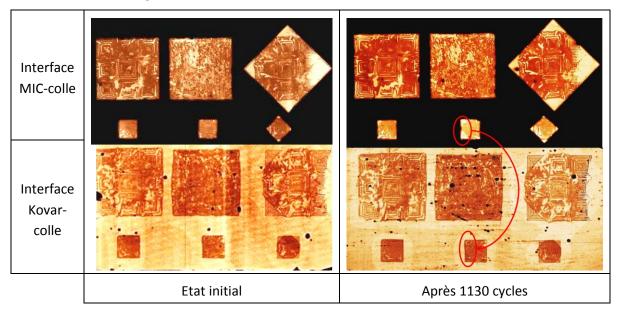


Figure IV-21 : Les défaillances repérées sur l'interface de collage MIC ne sont pas détectées côté Kovar pour l'éprouvette FINE S1M1 après 1130 cycles.

Le second véhicule de test fin, référencé FINE SOM1, ne présente aucune évolution sur les clichés MAB sur aucune des deux interfaces. La préparation des états de surface est le seul critère qui sépare les deux VT. Cela montre que la combinaison polie-rectification et revêtement d'or, imposée par les contraintes RF de ces technologies, est clairement associé à la diminution de la tenue des assemblages collés au cours d'un cyclage thermique.

Les objectifs de ces VT d'appoint sont remplis. L'épaisseur du support des premiers VT n'est pas à l'origine de leur remarquable tenue au cours des cycles thermiques. Les défauts visibles au MAB à la fois sur les collages du plan d'expériences n°1 et des collages sur support fins sont des délaminages présents seulement à l'interface MIC – colle et uniquement pour des MIC polies-rectifiées dorées. La seconde interface ne présente pas de défaillances particulières.

2.2.3. Etude morphologique de l'interface de collage

Présence de porosités

Les porosités aux interfaces peuvent être d'origines différentes. Il peut s'agir d'une pellicule d'air très fine qui se comporte comme une fissure. L'existence de ces zones endommagées est démontrée à l'aide d'un essai de ressuage. La Figure IV-22 montre l'analyse MAB et la photographie du ressuage

du collage d'un substrat en verre 50x50mm² et d'épaisseur 2mm sur un support d'aluminium de 5mm : le prototype A.

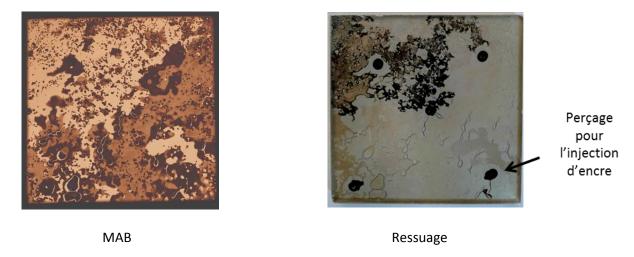


Figure IV-22: Comparaison des analyses MAB et de ressuage du prototype A

Trois amplitudes d'échos différentes sont mesurées par le MAB produisant 3 teintes sur le C-scan. Elles correspondent à des variations d'impédances acoustiques différentes au passage de l'interface verre – colle.

- L'écho le plus important (en clair au MAB) correspondant à un délaminage. Lors du ressuage qui a suivi, l'encre (en noir sur la photographie de droite) s'est écoulée en partie dans ce vide.
- L'injection d'encre via des perçages réalisés dans le support en aluminium et visibles à travers le verre (points noirs sur la photographie) n'a pas débouché dans les zones plus foncées sur le cliché MAB, preuve d'une bonne cohésion de ces zones.
- La teinte intermédiaire ne semble pas être un vide mais possède un aspect brunâtre différent des zones plus denses. Il pourrait s'agir de matrice époxy non chargée arrivé à cette interface à cause de sa plus faible densité. Cela peut provenir de la quantité de colle relativement importante utilisée pour ce collage.

Aucun manque de colle traversant tout le joint dans son épaisseur n'est constaté ici.

Particules d'argent en contact avec l'interface

Les contacts des particules d'argent sur la MIC pour assurer la conduction électrique de la colle, peuvent être considérés comme des micros-délaminages. Au voisinage des zones où l'argent est en contact avec la MIC, la propagation pourrait se faire au-delà de la particule responsable de l'amorce, au niveau de l'interface MIC – époxy. La Figure IV-36 montre les observations d'un plan de collage à travers le verre (à gauche) et sous une alumine (à droite). On y perçoit la densité surfacique des particules d'argent qui pourrait créer des micros-délaminages dès l'état initial.



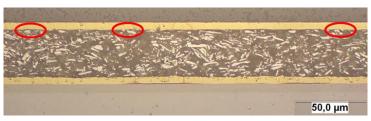


Figure IV-23 : Présence de micro particules d'argent en contact avec le verre au microscope (à gauche) et avec l'alumine dorée en vue micrographique (à droite)

2.3. Modèle 3D avec transfert thermique

Un modèle élément finis 3D est réalisé à l'aide du logiciel ABAQUS en parallèle du plan d'expériences 1. Ce modèle permet de procéder, de manière découplée, d'abord au calcul du transfert thermique, puis, à partir de l'historique des champs de température, au calcul de l'évolution du chargement mécanique induit par la variation de température.

L'objectif du modèle 3D est donc de déterminer les gradients thermiques qui s'établissent pendant le cyclage afin de reproduire le chargement mécanique qui en découle ainsi que l'effet bilame.

2.3.1. Maillage et conditions aux limites

Le modèle d'assemblage est constitué, d'après le cas d'étude, d'un carré d'alumine collé sur une plaque de Kovar. La modélisation repose sur 3 pièces séparées à maillage indépendant. Cette méthode permet plus facilement de mettre en place des conditions aux limites aux interfaces comme par exemple une résistance thermique. Le composant et le support sont modélisés de forme carrée et empilés en leur centre.

Il existe 2 plans de symétrie illustrés en Figure IV-24 qui permettent de réduire la taille du modèle EF.

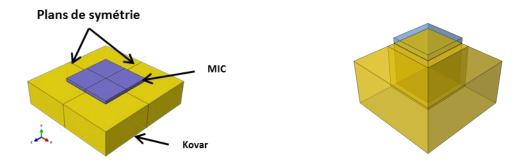


Figure IV-24: Réduction du modèle d'assemblage collé par symétrie

Un seul coin est à traiter dans le quart d'assemblage issu de la réduction par symétrie. Le maillage est élaboré autour de ce coin en découpant au préalable le support en cellules visibles en Figure IV-24 (à droite). Elles doivent aider au raffinement du maillage au voisinage du coin.

Le joint de colle possède un bord droit aligné sur celui de la MIC. La géométrie, parfois très aléatoire, des ménisques de joint de colle ne fait pas partie de l'étude.

Maillage

Le type de maillage utilisé est un maillage structuré à base de parallélépipèdes à huit sommets. Une suite géométrique est utilisée sur les arêtes des cellules du modèle pour raffiner le maillage au voisinage du coin.

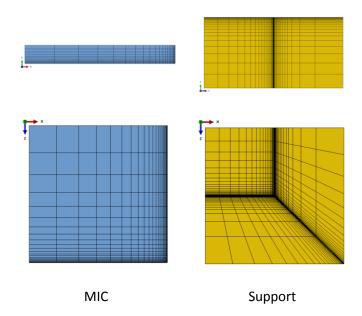


Figure IV-25 : Maillage structuré raffiné au coin de l'assemblage

Le joint est maillé de la même façon que le composant sauf dans l'épaisseur qui possède 7 nœuds équitablement répartis comme visible en Figure IV-26.

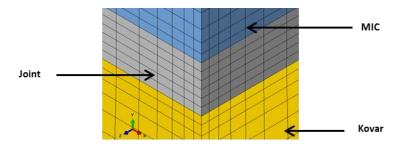


Figure IV-26: 7 nœuds dans l'épaisseur du joint à bord droit

Pour atteindre les objectifs de ce travail de modélisation, 7 nœuds dans l'épaisseur est un bon compromis entre le raffinement nécessaire dans un joint de colle et l'échelle du modèle.

Les calculs thermiques et mécaniques sont découplés. Le modèle fait donc appel à des éléments référencés DC3D8 dans ABAQUS pour la première partie. Ce type d'élément fini correspond aux hexaèdres linéaires (8 nœuds) utilisés pour le calcul de transfert thermique. Puis des éléments C3D8 sans réduction d'intégration sont utilisés pour la partie mécanique du calcul.

Les maillages des 3 pièces sont coïncidents aux 2 interfaces de collage.

Conditions aux limites

Deux types de conditions aux limites sont à définir pour ce modèle : thermiques et mécaniques.

Dans le calcul thermique, les surfaces sans aucune condition imposée sont considérées comme adiabatiques dans ABAQUS. C'est le cas de toutes les surfaces en rouge sur la Figure IV-27.

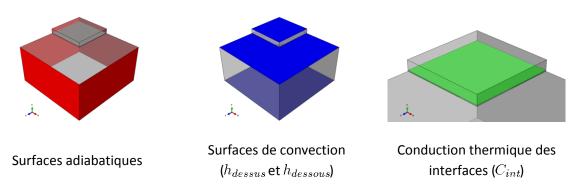


Figure IV-27: Conditions limites pour le calcul thermique

Les surfaces bleues sont les surfaces de convection. Des coefficients de convection différents peuvent être attribués aux surfaces du dessus et du dessous si nécessaire. A noter, les bords de la MIC et du joint de colle ne sont pas intégrés dans ces conditions limites et sont donc considérés adiabatiques. En effet, il a été vérifié que ces surfaces d'échange limitent le transfert par convection qui est donc négligeable dans l'établissement du transfert thermique.

Les conditions aux limites thermiques des surfaces de collage sont représentées en vert dans la Figure IV-27. La conductivité thermique des interfaces sera constante dans ce modèle.

A l'inverse, une conductivité thermique parfaite peut aussi être modélisée par l'intermédiaire des conditions de liaison « TIE » qui existent dans ABAQUS. Dans le cas de nœuds coïncidents, la température est tout simplement copiée d'un nœud à l'autre comme s'ils étaient identiques.

Les conditions aux limites du calcul du chargement mécanique sont représentées en Figure IV-28.

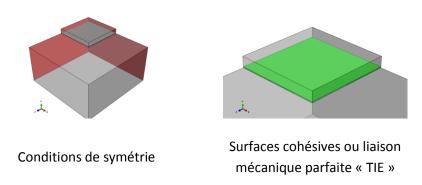


Figure IV-28 : Conditions aux limites pour le calcul mécanique

Le seul chargement extérieur considéré dans ce calcul est la température de chacun des nœuds calculée lors de l'étape thermique. La température est interpolée à chaque incrément mécanique en fonction de l'évolution au cours du temps de la simulation thermique. Le différentiel des dilatations

thermiques de chaque pièce contribue alors au chargement mécanique autonome de l'assemblage, l'effet bilame. Dans ce modèle, le support est libre aux extrémités.

2.3.2. Propriétés matériaux

Le modèle est constitué de trois pièces indépendantes. Les propriétés matériaux des adhérents implémentées dans le modèle sont les suivantes :

Tableau IV-4 : Propriétés matériaux des adhérents

	Kovar	Alumine		
Conductivité thermique [W/mK]	17	46		
Masse volumique [kg/m³]	8360	3900		
Chaleur spécifique [J/K]	460	775		
	7.5ppm à -55°C	2.5ppm à -55°C		
Coefficient de dilatation thermique	4ppm à 125°C	6ppm à 125°C		
Module d'Young [GPa]	140	390		
Coefficient de Poisson	0.3	0.3		

Le joint est modélisé en volumique pour la simulation du comportement viscoélastique et plastique de la colle au sein de l'assemblage. Le module d'Young de l'adhésif implémenté suit la loi d'évolution en fonction de la température identifiée dans la chapitre II. Le coefficient de dilatation thermique provient de l'essai de dilatométrie décrit en annexe A.3.2. Les autres propriétés thermiques de la colle 84-1 LMISR4 du Tableau IV-5 sont celles tirées du fabriquant.

Tableau IV-5 : Propriétés thermiques de la colle

	Adhésif
Conductivité thermique [W/mK]	2.5
Masse volumique [kg/m³]	1300
Chaleur spécifique [J/K]	400
	40ppm T < 70°C
Coefficient de dilatation thermique	140ppm T > 90°C

2.4. Recalage du transfert thermique du modèle 3D

2.4.1. Mesures expérimentales

Le cycle thermique réel subi par l'empilement est mesuré pendant toute la campagne. La Figure IV-29 montre la moyenne des 16 thermocouples sur 2 cycles thermiques à différents moments de la campagne.

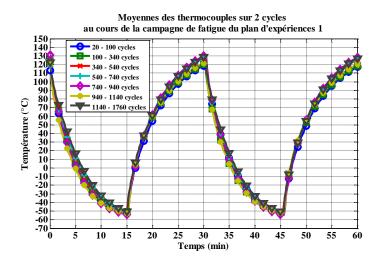


Figure IV-29 : Moyennes des températures mesurées par l'ensemble des thermocouples pendant les essais thermiques

Le léger écart visible entre les courbes d'une période d'essai à une autre peut provenir de l'instrumentation, retirée et replacée à plusieurs reprises à chaque prélèvement de contrôle. La durée d'un palier est de 15min, c'est le temps nécessaire aux VT pour atteindre la température désirée une fois transférés dans la chambre chaude ou froide.

Les thermocouples ont permis de relever les températures en dessous et au-dessus de différents collages. La Figure IV-30 montre l'écart des relevés de température entre les 4 thermocouples en surface des petites MIC et 4 autres dans le support de Kovar, en dessous du joint de colle.

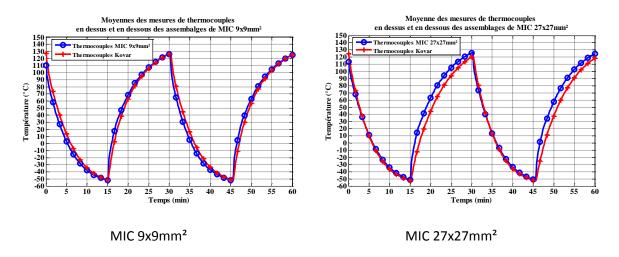


Figure IV-30 : Ecart de température de part et d'autre des MIC

Les thermocouples placés en surface des MIC mesurent naturellement des variations en température plus rapides que leurs vis-à-vis à l'abri des échanges convectifs dans les perçages des supports de Kovar. Dans le cas d'une MIC de 27x27mm² l'écart atteint 25°C entre la moyenne des mesures des 4 thermocouples en surface des grandes MIC et la moyenne faite sur ceux en dessous du collage comme le montre la Figure IV-30.

L'écart de température entre le dessus et le dessous de l'assemblage est négligeable dans la phase de refroidissement où les VT redescendent de 125°C à -55°C. L'environnement thermique des

échantillons semble donc varier d'une chambre à l'autre. Dans les deux chambres l'échange thermique par convection est obtenu à l'aide d'un balayage d'azote à température. Cependant, l'appareillage est différent dans chaque chambre (cf. Figure IV-31), ce qui peut amener à une efficacité de convection différente.





Figure IV-31 : Flux de convection différent entre la chambre chaude et la chambre froide

Ainsi dans la chambre chaude, l'échange convectif est moins efficace. L'écart sur le relevé de température peut être dû à la présence d'un gradient de température dans l'épaisseur du support à cause d'un échange convectif plus lent. L'instrumentation peut aussi être une source d'écart de mesure surtout en ce qui concerne l'état du contact des thermocouples enfouis dans les supports.

Enfin, le suivi de la température ne montre pas d'évolution significative du profil thermique au cours des cycles.

2.4.2. Recalage numérique

Les mesures des thermocouples réalisées pendant les essais de vieillissement thermique en étuve des VT du plan d'expérience n°1 sont utilisées pour recaler le transfert thermique suivant 4 cas listés dans le Tableau IV-6.

Tableau IV-6 : Liste des cas considérés dans le recalage du transfert thermique du modèle 3D

61	Pas de résistance d'interface de collage
Cas 1	ullet Un seul coefficient de convection h
Cas 3	$ullet$ Résistance thermique des interfaces de collage (limitation de C_{int})
Cas 2	• 2 coefficients de convection (face supérieure h_{dessus} , face inférieure $h_{dessous}$)
600.3	Pas de résistance thermique d'interface
Cas 3	$ullet$ 2 coefficients de convection (cuve chaude h^{chaud} , cuve froide h^{froid})
	$ullet$ Résistance thermique des interfaces de collage (limitation de C_{int})
Cas 4	• 4 coefficients de convection (cuve chaude, cuve froide et faces supérieure et inférieure, h_{dessus}^{chaud} , h_{dessus}^{froid} , h_{dessus}^{froid})

Une optimisation est réalisée en utilisant un critère aux moindres carrés sur la distance entre la courbe moyenne des mesures et celle issue du modèle 3D. Les résultats obtenus sont disponibles en

Figure IV-32. Les valeurs recalées des coefficients impliqués dans le transfert thermique de l'assemblage sont regroupées dans le Tableau IV-7. A noter, que le recalage tend naturellement à considérer une bonne conduction thermique aux interfaces pour arriver à reproduire l'évolution en température. Pour forcer la présence d'une résistance thermique d'interface, le coefficient C_{int} des cas 2 et 4 est volontairement limité.

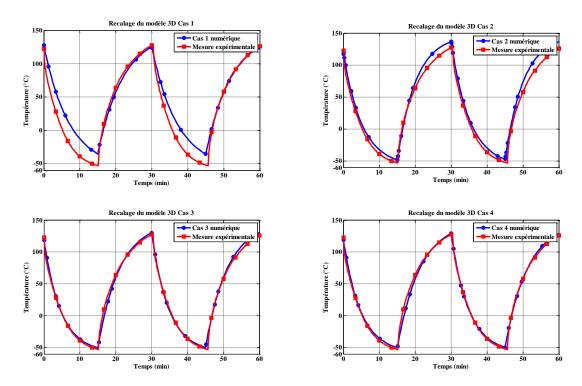


Figure IV-32 : Résultats du recalage du trasnfert thermique du modèle 3D en fonction des 4 cas proposés

Cas 1	Cas 2	Cas 3	Cas 4
$h = 31 \ W.m^{-2}.K^{-1}$	$h_{dessus} = 77 \ W.m^{-2}.K^{-1}$ $h_{dessous} = 4 \ W.m^{-2}.K^{-1}$ $C_{int} = 9 \ W.m^{-2}.K^{-1}$	$h^{chaud} = 26 \ W.m^{-2}.K^{-1}$ $h^{froid} = 34 \ W.m^{-2}.K^{-1}$	$\begin{aligned} h_{dessus}^{chaud} &= 4 \ W.m^{-2}.K^{-1} \\ h_{dessous}^{chaud} &= 48 \ W.m^{-2}.K^{-1} \\ h_{dessous}^{froid} &= 1 \ W.m^{-2}.K^{-1} \\ h_{dessous}^{froid} &= 68 \ W.m^{-2}.K^{-1} \\ C_{int} &= 5 \ W.m^{-2}.K^{-1} \end{aligned}$

Tableau IV-7 : Résultats du recalage

Le cas 1 est trop réducteur pour reproduire le profil de température expérimental. Les échanges thermiques semblent se faire plus efficacement lors du refroidissement des éprouvettes dans la cuve froide.

Le cas 2 n'est pas satisfaisant car il limite les échanges sur l'interface du dessous. Or, il y a conduction thermique avec le plateau de l'étuve. Cela ne correspond pas à une absence d'échange thermique comme l'indiquerait le coefficient h_2 obtenu.

Le cas 3 est simple et reproduit bien le profil thermique mesuré par les thermocouples. Il a aussi l'avantage de proposer une meilleure convection dans l'étuve froide qui pourrait expliquer les écarts de comportement entre la phase de chauffe et la phase de refroidissement.

Le recalage du cas 4 montre qu'imposer une conduction thermique faible aux interfaces implique qu'une convection de la partie inférieure du support importante est suffisante si le joint de colle ne conduit pas la chaleur.

Les 2 coefficients de convection du cas 3 sont retenus pour la suite. Le profil thermique est calculé à partir d'un modèle de plaque infinie soumise à un transfert thermique de convection à 2 coefficients. Pour toute géométrie d'assemblage modélisée, le profil de température obtenu sera uniformément appliqué à tous les nœuds du modèle en fonction de temps.

2.5. Analyse thermique et mécanique

2.5.1. Cartographie thermique

Les champs de température au sein de l'assemblage sont analysés à partir des coefficients recalés sur la moyenne des mesures de thermocouples.

Le premier point investigué est la présence ou non de gradients thermiques importants dans le joint de colle. Une façon simple de mettre en évidence les écarts de température de la colle au cours d'un cycle thermique est de comparer l'évolution des températures maximale et minimale. Le constat est le même pour le cas sans résistance thermique et le cas avec résistance thermique. Il n'y a pas de gradients significatifs dans le joint de colle. Les évolutions des températures maximale et minimale au cours d'un cycle sont identiques à 0.1°C près. La Figure IV-33 montre où se localisent les maxima de températures dans le joint et l'assemblage.

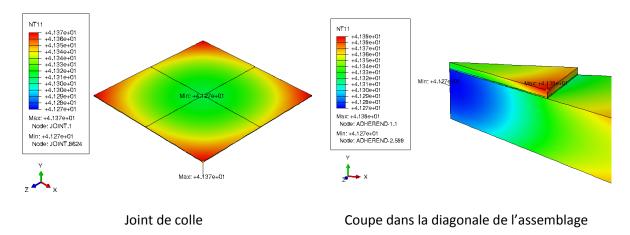


Figure IV-33 : Champs de température dans le joint (à gauche) et l'assemblage (à droite) sans résistance thermique pendant la transition du palier froid au palier chaud

Cela signifie que la conduction thermique du joint de colle est suffisamment élevée pour éviter l'apparition de points chauds (par exemple aux coins). C'est le même résultat dans le cas d'une convection forcée considérée aux bords de la MIC et du joint de colle. La variation globale de la température du joint y est légèrement accélérée sans l'apparition de gradients thermiques significatifs.

Le transfert thermique qui s'établit dans l'assemblage est très proche de celui d'une plaque. Par conséquent, dans la suite de l'étude, la résistance thermique des composants céramiques collés est

négligée. Le calcul du profil thermique pour chaque nouvelle inertie est réalisé en résolvant l'équation de la chaleur en 1D en fonction de l'épaisseur du support seulement.

2.5.2. Effets de bord

Les premières simulations de l'assemblage sont réalisées à l'aide du modèle éléments finis 3D avec un comportement matériau purement élastique pour un champ de température uniforme dans l'assemblage qui suit le cycle thermique mesuré précédemment.

Au cours d'un essai thermique, l'écart important des coefficients de dilatation thermique des matériaux assemblés génère des contraintes dans le joint. Ce chargement est perturbé au bord. Les contraintes de cisaillement apparaissent à l'approche du bord et convergent difficilement à cause de la singularité géométrique. La colle est aussi sous traction dans le plan de collage de manière uniforme.

Il se produit dans le coin à proximité du bord une zone de pelage. Par équilibre, la flexion des adhérents vient comprimer le joint en périphérie juste avant le bord libre. Ces zones de pelage – compression sont mises en évidence à l'aide du champ de contraintes hors plan de la Figure IV-34 à la fin du palier froid.

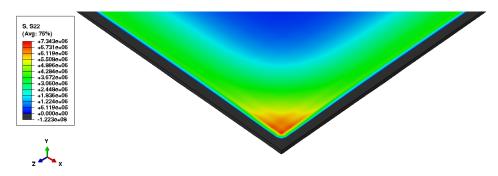


Figure IV-34 : Champ de contraintes de pelage au coin du joint de colle avec une zone en compression (en noir) et de traction (en couleur)

2.5.3. Effet bilame

La distribution de contraintes dans le joint est comparée pour les deux géométries d'assemblages différents du plan 1 : des MIC de dimensions 9x9mm² et 27x27mm². Pour mettre en évidence l'effet de la longueur d'empilement sur le chargement mécanique du joint, les valeurs de la contrainte de pelage, de cisaillement et de traction dans le plan sont prélevées dans le plan médian sur la diagonale au palier froid suivant un repère aligné avec la diagonale (cf. Figure IV-35). Les niveaux de contraintes sont affichés en fonction de la distance normalisée par rapport au centre pour faciliter la comparaison.

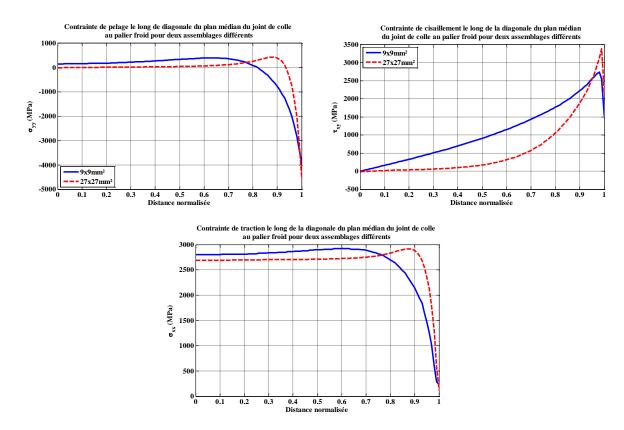


Figure IV-35 : Evolution des contraintes le long de la diagonale du plan médian des joints de colle des assemblages 9x9mm² et 27x27mm² pris au palier froid

La taille de MIC a peu d'influence sur les niveaux maximum des contraintes dans le joint. L'effet de bord est davantage localisé pour la MIC 27x27mm² que pour la MIC 9x9mm². Au contraire, pour la petite MIC, les contraintes sont globalement plus importantes en zone courante que celles de la grande MIC, phénomène qui s'inverse à l'approche du bord. La zone de pelage mise en évidence précédemment n'admet pas un écart significatif entre les deux longueurs de MIC. En conséquence, la longueur de MIC, déterminante lorsqu'il existe un effet bilame, ne montre pas une surcharge du joint. L'effet bilame reste très limité pour ce choix de matériaux avec notamment 2 adhérents très stables en température.

2.6. Bilan préliminaire

Les sorties du plan d'expériences ne permettent pas de formuler un modèle basé sur le poids de chaque facteur et leur couplage comme espéré au départ. Cependant de nombreuses observations orientent significativement les travaux vers les interfaces de collage.

La nature de l'endommagement observé est un décollement diffus à l'interface MIC – colle. Il n'est visible que dans les cas des MIC polies-rectifiées dorées. Seule l'interface colle – MIC est touchée comme le prouve les analyses MAB aux deux interfaces des collages sur supports fins.

La taille des MIC n'a pas montré d'influence sur la tenue des collages. Les décollements sont visibles aussi bien sur les MIC de 9x9mm² que celles de 27x27mm². Elles apparaissent à partir de 740 cycles et progressent très lentement sans jamais provoquer la rupture des collages qui ont tenu jusqu'à l'interruption de la campagne. Le seul écart par rapport au procédé standard de collage de

l'industriel est la pression de dépose exercée manuellement sur les grandes MIC qui est plus importante pour les véhicules de test du plan d'expériences. Cela signifie que les conditions de report et la nature du revêtement des composants RF jouent un rôle crucial sur la tenue des collages.

Le suivi de température réalisé à l'aide de thermocouples placés de part et d'autre de plusieurs collages du plan d'expériences 1 a permis de simplifier les simulations de l'essai thermique. Les écarts de températures relevés entre le dessus et le dessous d'un collage sont trop faibles pour être la conséquence d'une résistance thermique significative du joint de colle. Le champ de température est finalement considéré uniforme dans tout l'assemblage tout au long de l'essai. Le profil thermique imposé au modèle est calculé à partir d'un transfert thermique 1D qui s'établit dans une plaque d'épaisseur identique à celle du support Kovar.

Les premiers calculs mécaniques de l'assemblage montrent que l'effet bilame est relativement faible et que la zone des contraintes élevées se restreint au voisinage du coin du joint de colle. Cependant, le retrait important de l'adhésif à basse température entre deux pièces thermiquement stables provoque une mise sous tension de tout le joint de colle. L'effet de bord induit une zone de pelage suivie d'une zone de compression sur toute la périphérie et notamment dans les coins.

3. Seconde approche

Les résultats de la première partie conduisent à considérer que les défaillances naissent aux interfaces entre la colle et la MIC, comme les résultats du chapitre III le laissent aussi supposer. L'interface la plus sensible est la surface d'une alumine polie-rectifiée dorée. Le motif de dispense de colle est aussi un aspect du collage à investiguer car les porosités initiales, inhérentes au procédé automatique de collage, peuvent aussi constituer des amorces de défaillances.

La seconde approche est naturellement orientée sur le chargement aux interfaces en présence de défauts de collage. Dans un premier temps, un modèle numérique 2D de l'assemblage est réalisé pour permettre la caractérisation des phénomènes d'interface et pour simplifier le calcul. Il est notamment utilisé pour la formulation de méta-modèles simplifiés destinés à une étude de sensibilité des paramètres considérés. Ces études numériques ont pour objet de mettre en évidence les facteurs influents recherchés dans cette seconde approche. Une confirmation expérimentale à l'aide d'un plan second d'expériences permet enfin d'aboutir à un scénario de fatigue.

3.1. Outils

Le logiciel ABAQUS fournit plusieurs outils pour traiter des problèmes de la mécanique de la rupture. Deux sont présentés dans cette partie pour un modèle 2D : le calcul d'intégrale de contour et la méthode de fermeture virtuelle de fissure (ou VCCT).

3.1.1. L'intégrale J

Les méthodes de calcul du taux de restitution d'énergie pour la propagation de fissure dans des modèles éléments finis se divisent en deux groupes :

- Les méthodes de propagation finie
- Les méthodes de propagation virtuelle

Le premier groupe fait intervenir au moins deux analyses complètes du modèle pour chaque incrément. C'est le cas de la méthode d'extension finie de fissure pour laquelle l'énergie restituée à la propagation est déduite du calcul des efforts et déplacements globaux entre l'incrément avant l'avancée de fissure et l'incrément juste après.

Une approche différente consiste à considérer une avancée de fissure virtuelle (ou VCE pour Virtual Crack Extension) [79], [80], [81]. Au lieu de calculer deux modèles successivement, une seule analyse complète du modèle suffit. Un contour définit les éléments susceptibles d'être affectés par l'avancée de la fissure. Une nouvelle matrice de rigidité est extraite de ce domaine avec laquelle l'énergie nécessaire à la propagation de la fissure est calculée.

Les avantages de cette méthode sont :

- Une bonne précision avec des « maillages grossiers ».
- Un coût d'analyse raisonnable.

Le taux de restitution correspond à la limite J de la densité d'énergie due à la déformation élastique sur le contour Γ quand ce contour est ramené au front de fissure comme illustrée en Figure IV-36.

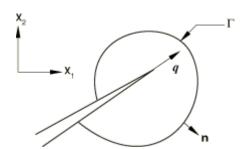


Figure IV-36 : Contour de la pointe de fissure pour le calcul de l'intégrale J

Cette limite est calculée par :

$$J = \lim_{\Gamma \to 0} \int_{\Gamma} n \cdot H \cdot q \, d\Gamma \tag{IV-2}$$

Avec n la normale au contour, q le vecteur d'avancée de fissure et H l'énergie dissipée à la propagation qui est définie par :

$$H = W \mathbf{I} - \sigma \cdot \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial x}$$
 (IV-3)

Où ${f I}$ est la matrice identité, ${f u}$ le tenseur des déplacements nodaux et W l'énergie des déformations élastiques autour du front de fissure.

$$W = \int_0^{\epsilon} \sigma : d\epsilon$$
 (IV-4)

Dans le cas d'un matériau plastique W devient l'addition de la densité volumique d'énergie des déformations élastiques et de l'énergie de dissipation plastique.

Le taux de restitution d'énergie dépend du contour choisi qui peut être source d'erreur dans les cas d'écoulement plastique autour du front de fissure. Il est important de contenir la bulle plastique dans le contour pour le calcul de l'intégrale J.

Pour les matériaux viscoélastiques, l'intégrale C_t consiste à calculer la même intégrale sur le contour que pour J mais avec W remplacée par la densité d'énergie de fluage :

$$\dot{W} = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma : d\dot{\epsilon} \tag{IV-5}$$

La valeur de l'intégrale de contour obtenue, notée C_t est un indicateur sur les déformations de fluage autour de la fissure ainsi que de l'avancée de fissure au cours du temps. C_t est proportionnel au taux d'accroissement de la zone de fluage autour d'une fissure. Une fois le régime stationnaire atteint, C_t est constant et égal à C^* qui détermine donc la part d'énergie dissipée en fluage autour de la fissure.

Les désavantages de cette méthode de calcul de taux de restitution d'énergie sont :

- L'absence d'information sur la mixité de mode
- La méthode n'est valide que pour la fissuration de matériaux isotropes et homogènes.

3.1.2. La méthode VCCT

Les méthodes de fermeture de fissure se basent sur le principe d'Irwin qui suggère que l'énergie requise pour refermer une fissure d'une longueur Δa , est égale à l'énergie nécessaire à sa propagation sur une longueur Δa . Toujours dans le cadre de la mécanique élastique de la rupture, les méthodes de calcul d'énergie par fermeture de fissure font intervenir efforts et déplacement en pointe de fissure.

Les méthodes de fermeture de fissure sont aussi divisées en 2 groupes : fermeture finie de fissure et fermeture virtuelle de fissure.

La méthode de propagation de fissure virtuelle (ou VCCT pour Virtual Crack Closure Technique) découle d'une méthode de fermeture de fissure finie souvent appelée aussi VCCT réalisée en 2 étapes [82].

Tout d'abord, les efforts présents au front de fissure au premier incrément sont relevés. Dans le cas 2D, il s'agit d'un nœud comme illustré en Figure IV-37 a). La fissure est étendue dans un second incrément (cf. Figure IV-37 b)) et les nouveaux déplacements et efforts sont pris au même nœud.

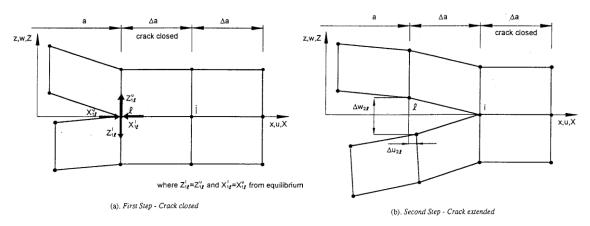


Figure IV-37 : Méthode de fermeture de fissure en 2 étapes [82]

Le principe d'Irwin stipule que l'énergie consommée lors de cette propagation de fissure est l'énergie nécessaire pour la refermer. Le comportement linéaire de la fissuration permet de facilement déduire l'énergie d'ouverture à partir de l'équation (IV-6) :

$$W = \frac{1}{2} \left(X_{1l} \, \Delta u_{2l} + Z_{1l} \, \Delta w_{2l} \right) \tag{IV-6}$$

Bien qu'elle nécessite 2 analyses distinctes, cette méthode ne relève les déplacements et efforts qu'à un seul nœud au lieu d'extraire les champs sur tout un contour.

La méthode est modifiée de façon à ne réaliser qu'un seul incrément de calcul comme pour la VCE. Pour cela l'état mécanique au voisinage du front de fissure est considéré identique après la propagation de la fissure de longueur Δa .

En d'autres termes, le calcul du taux de restitution d'énergie est basé sur la fermeture d'une fissure qui n'a jamais été ouverte, une fissure virtuelle. Un matériau fissuré est représenté en Figure IV-38. Les efforts sont extraits au nœud i, au front de fissure $a+\Delta a$ tandis que les déplacements sont pris en amont au nœud i quand la fissure était de longueur a. Ils sont supposés identiques à ceux obtenus au nœud i dans le cas d'une propagation de fissure de longueur $a+2\Delta a$ c'est-à-dire jusqu'au nœud k.

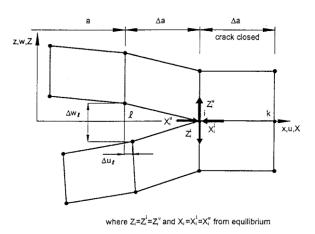


Figure IV-38 : Méthode VCCT (1 seule étape) [82]

Le calcul énergétique est réalisé en un seul incrément :

$$W = \frac{1}{2} \left(X_i \Delta u_l + Z_i \Delta w_l \right)$$

$$G_I = -\frac{1}{2\Delta a} Z_i \left(w_l - w_l^* \right)$$

$$G_{II} = -\frac{1}{2\Delta a} X_i \left(u_l - u_l^* \right)$$
(IV-7)

L'approximation n'est valable qu'en présence de matériaux élastiques et pour une propagation de fissure linéaire, ce qui en limite les possibilités. La méthode VCCT est pourtant très attractive pour sa facilité de mise en œuvre et la possibilité de traiter le mode mixte de chargement de la fissure.

Le Tableau IV-8 présente les avantages et inconvénients des 2 outils disponibles dans ABAQUS.

Tableau IV-8 : Comparaison des outils de la mécanique de la rupture disponibles dans ABAQUS

	Avantages	Inconvénients				
Intégrale J	Adaptation à la loi matériau considérée	La qualité des contours dépend du maillage voisin				
		Perte de la mixité des modes de propagation				
	Comparaison des modes I	Réservé aux matériaux élastiques				
Méthode	et II possible	Nécessite 2 nœuds en amont de la pointe de				
VCCT	Insensible au maillage des	fissure				
	couches voisines					

3.1.3. Vérification préliminaire

Les hypothèses de la mécanique linéaire de la rupture dans lesquelles se place la méthode VCCT implique des matériaux élastiques. Il est donc nécessaire de vérifier s'il est possible, dans une certaine mesure, d'utiliser la méthode VCCT pour l'évaluation des taux de restitution d'énergie de défauts dans l'assemblage au cours de l'essai thermique pour un matériau viscoplastique tel que l'adhésif.

Le modèle d'une plaque d'Irwin est réalisé dans ABAQUS. Il est constitué de 2 pièces indépendantes avec les propriétés matériaux de l'adhésif et avec un maillage coïncident.

Le calcul est réalisé dans les hypothèses de déformations planes à l'aide d'éléments quadrangles référencé CPE4 sans intégration réduite. Des conditions de symétrie sont définies sur les faces repérées en bleu et noir sur la Figure IV-39. Un déplacement d'un millimètre est imposé sur la face supérieure (en rouge) en 10min, durée d'un palier de l'essai thermique.

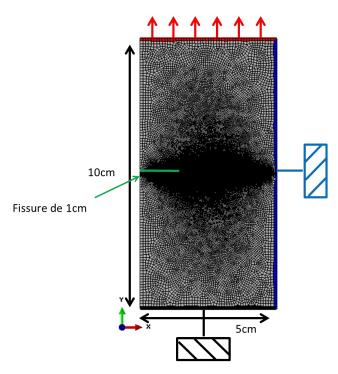


Figure IV-39 : Modèle de plaque d'Irwin au maillage coïncident et avec une taille de maille minimale de 10µm

Une fissure de 1cm est créée sur la ligne médiane de la plaque représentée en vert. Une température uniforme est imposée aux nœuds. Les valeurs du taux de restitution d'énergie calculés via la méthode VCCT et l'intégrale J sont présentées dans le Tableau IV-9.

Tableau IV-9 : Valeurs du taux de restitution d'énergie en fonction des cas calculés

	-55°C	25°C	+125°C
Intégrale J	16815 N/m	12807 N/m	381 N/m
Méthode VCCT	16702 N/m	12835 N/m	375 N/m

Les résultats sont similaires d'une technique à l'autre. Cela signifie que la part d'énergie dissipée dans les déformations de fluage et déformations plastiques de l'adhésif est négligeable face à l'énergie élastique libérée lors d'une fissuration.

D'autre part, la méthode VCCT permet le calcul du taux de restitution d'énergie pour chaque incrément. Ainsi, en prenant un incrément de temps suffisamment court pour être considéré instantané et une distance entre les nœuds de la fissure suffisamment petite pour considérer la propagation linéaire, le calcul du taux de restitution par la méthode VCCT est applicable. La Figure IV-40 montre les comportements proches des taux de restitution d'énergie calculés sur le modèle de plaque d'Irwin à partir d'une intégrale de contour et de la méthode VCCT pour une charge maintenue pendant 10min sur l'adhésif viscoplastique.

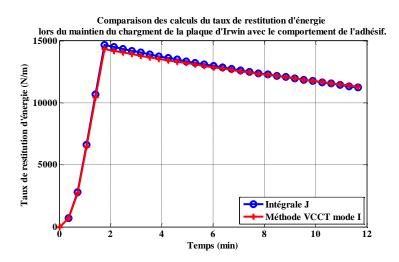


Figure IV-40: Relaxation de J et de G calculée à l'aide des méthodes de contour et VCCT resp.

De plus, les valeurs de G d'intérêt pour les travaux à venir sont les valeurs maximales où il risque d'y avoir une progression des défauts à l'interface. Ces valeurs sont attendues aux températures basses où le chargement est maximum et où la part visqueuse du matériau est négligeable. Cela justifie d'autant plus la possibilité d'utiliser cette méthode.

La caractérisation de la résistance des interfaces est nécessaire en mode I et mode II pour bien comprendre le mode de défaillance de l'assemblage. C'est pourquoi, la méthode VCCT est finalement retenue. Cet outil nécessite cependant des nœuds coïncidents aux interfaces, chemin de propagation supposé de la fissure. C'est la raison pour laquelle, le modèle 2D ABAQUS défini dans cette seconde approche fait intervenir aussi 3 pièces indépendantes.

3.2. Modèle 2D mécanique avec raffinement des interfaces

3.2.1. Objectifs

Les objectifs de ce second modèle s'orientent autour des problèmes d'interface et de l'étude de l'influence des paramètres géométriques et thermiques. Le modèle doit être entièrement paramétré pour tester des combinaisons de paramètres différents, géométriques. Le maillage ne doit pas dépendre de la géométrie et être reproduit à l'identique au voisinage des interfaces de collage.

Pour remplir ces objectifs, un nouveau modèle est réalisé à l'aide du logiciel ABAQUS. Par souci de simplification et suite aux premiers résultats numériques, un modèle 2D est préféré pour cette étude. Le calcul est purement mécanique. Le transfert thermique n'est pas pris en compte dans cette étude, la température étant considérée uniforme dans tout l'assemblage comme vu dans la première approche.

3.2.2. Description

La géométrie reprend 3 pièces indépendantes empilées. Le joint est modélisé avec une épaisseur et constitue une pièce de l'assemblage à part entière. Un plan de symétrie permet la réduction du modèle comme illustré en Figure IV-41.

Pour la simulation de l'essai thermique, le support n'est pas modélisé dans toute sa longueur. La modélisation des surfaces d'échange n'est plus nécessaire en comparaison du modèle 3D puisque le transfert thermique dans l'empilement n'est pas pris en compte et la température est uniforme dans tout l'assemblage. La longueur du support n'est modélisée que dans le cas de charges mécaniques extérieures pour simuler la flexion du support par exemple.

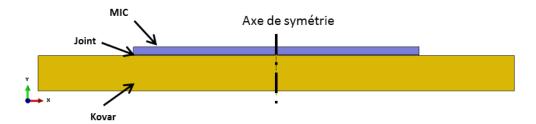


Figure IV-41 : Géométrie du modèle d'assemblage 2D

Le modèle 2D est plus proche de l'application industrielle que les premiers véhicules de test du plan d'expériences 1 et du modèle 3D. Ses dimensions sont listées dans le Tableau IV-10.

Longueur du demi-empilement 12mm

Epaisseur du composant MIC 0.635mm

Epaisseur du support Kovar 1.2mm

Epaisseur du joint de colle LMI 100µm

Tableau IV-10: Dimensions d'un assemblage collé

Maillage

Un maillage est codé en python à partir des fonctions disponibles dans la librairie d'ABAQUS. Cela permet de paramétrer entièrement le modèle et de générer le raffinement du maillage désiré quelle que soit la géométrie.

Les nœuds et les éléments sont tous générés successivement par le script en fonction de la géométrie à reproduire et du raffinement désiré. La méthode du maillage étagé permet d'avoir un maillage structuré et un raffinement efficace et identique au voisinage des zones d'intérêt comme le montre le Figure IV-42. Le maillage du joint de colle est régulier d'une taille d'élément de 10µm de côté. Les éléments 2D sont référencés QUAD4 dans ABAQUS pour quadrilatères à 4 nœuds (interpolation linéaire).

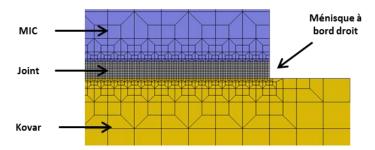


Figure IV-42 : Maillages coïcidents aux interfaces (10µm de taille de maille dans le joint)

Conditions aux limites

Des conditions de symétrie sont imposées sur les nœuds au centre de l'assemblage. Les interactions d'interface peuvent être des surfaces cohésives ou bien des conditions de fixation parfaite « TIE ».

Le calcul est purement mécanique en réponse à un chargement purement thermique. La consigne en température est imposée à tous les nœuds de l'assemblage en fonction du temps d'après le profil thermique mesuré expérimentalement (cf. Figure IV-43).

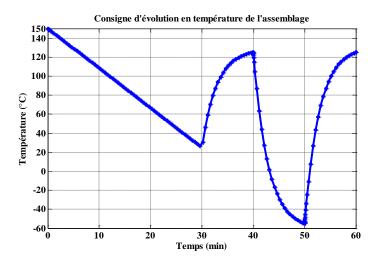


Figure IV-43 : Consigne en température imposée à tous les nœuds du modèle 2D

Le refroidissement initial de 150°C, qui correspond à la température de polymérisation, jusqu'à l'ambiante sert à la construction des contraintes résiduelles de cuisson. Aucun palier n'est considéré à l'ambiante, car la relaxation des contraintes à cette température est relativement limitée. Le cycle thermique en étuve est directement simulé à la suite du refroidissement initial en commençant par le palier chaud.

3.2.3. Distribution de contraintes dans le joint de colle

La distribution de contraintes au sein du joint de colle est uniforme dans la zone courante. Les gradients apparaissent au voisinage du bord suivant des modes de chargement comparables à un essai de simple cisaillement. La Figure IV-44 présente la distribution des contraintes dans tout le joint

au voisinage du bord ainsi que l'extraction des contraintes au plan médian et aux interfaces de collages à la fin du palier froid.

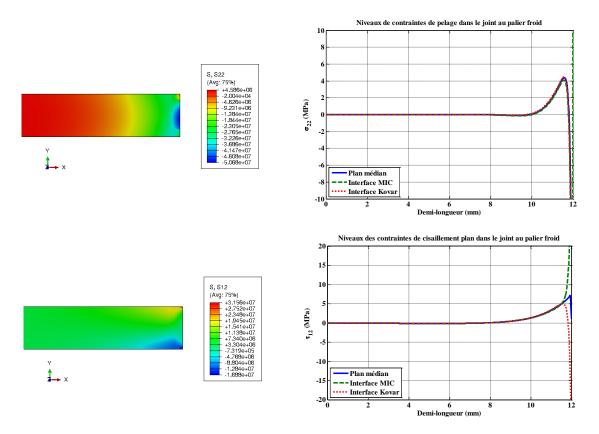


Figure IV-44 : Niveaux de contraintes dans un joint de colle plein à la fin du palier froid d'un cycle thermique

Des contraintes de pelage σ_{yy} apparaissent au bord en réponse au retrait de la colle. Les contraintes de cisaillement σ_{xy} divergent aux interfaces de collage proches du bord à cause du point singulier formé par la jonction bi-matériau au coin.

A noter que les contraintes prises aux interfaces sont bien prélevées aux nœuds de contact après une projection à partir des points de Gauss des éléments du joint.

3.3. Prise en compte des défauts

Le modèle 2D est réalisé dans l'objectif de caractériser les chargements mécaniques aux interfaces de collage en présence de défauts. Deux types de défauts sont observés sur les éprouvettes et notamment au MAB : les micros-délaminages et les manques de colle.

3.3.1. Les manques de colle

Il s'agit d'une rupture de la continuité thermo-mécanique du joint de colle dans toute l'épaisseur. Le manque de colle est un accident géométrique qui fait apparaître de nouveaux bords libres et de nouvelles singularités à l'interface.

Le manque est modélisé avec des bords droits comme pour le ménisque à l'extrémité du joint de colle. La Figure IV-45 présente le modèle EF en 2D de l'assemblage muni d'un manque à bords droits.

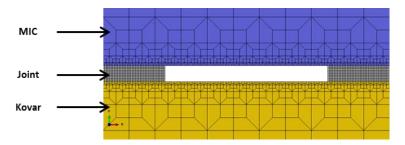


Figure IV-45: Modélisation d'un manque à bords droits dans le modèle 2D

3.3.2. Distribution de contrainte dans un joint avec manque

Le chargement mécanique d'un joint muni d'un manque est décrit en Figure IV-46. Un cycle thermique standard est imposé à l'assemblage de la même façon que pour le cas de joint intact.

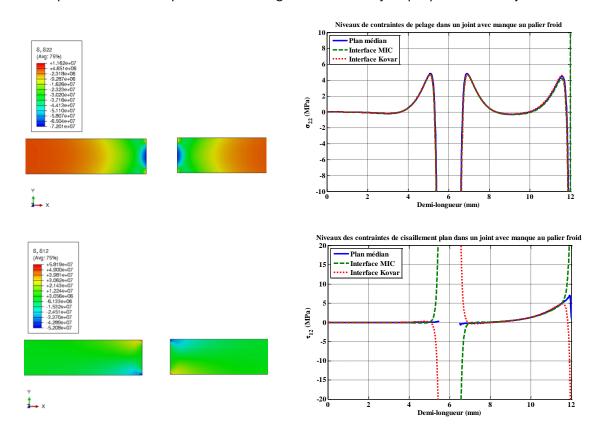


Figure IV-46: Niveaux de contraintes d'un joint avec manque pour un cycle thermique

La distribution de contraintes dans le joint est fortement impactée par la présence d'un manque de colle. L'évolution de la contrainte de pelage à l'approche du manque est similaire à celle du bord à l'extrémité du joint. Autour du manque, elle atteint presque 5MPa avant de diminuer sur toute une zone de compression à mesure qu'on se rapproche d'un bord libre. En revanche, la contrainte de cisaillement ne reproduit pas complètement le comportement visible au bord du joint. La

concentration des contraintes aux points singuliers des interfaces est bien détectée mais le cisaillaient dans le plan médian varie peu autour de OMPa.

Il est clair qu'un manque de colle perturbe le champ de contrainte caractérisé initialement pour un joint intact. Cependant, le plus grand déséquilibre se trouve dans le champ de contrainte de pelage. Excepté à l'approche des singularités, le champ de cisaillement n'augmente pas significativement en comparaison des niveaux atteints au voisinage du bord. L'apparition de pelage autour d'un manque pourrait constituer un début d'explication des observations expérimentales du plan d'expériences 1, à savoir, la présence de zones de décohésion aux coins, aux bords et autour des manques de colle.

3.3.3. Les micros-délaminages

D'épaisseur nulle, les micros-délaminages correspondent à l'absence d'adhérence entre les deux matériaux d'une interface. Les délaminages peuvent avoir plusieurs origines. Il peut notamment s'agir de particules d'argent en contact sur la MIC ou le Kovar. Cette hypothèse est cohérente avec le rôle des charges métalliques en concentration suffisante pour assurer une conduction électrique et thermique du joint à l'aide des charges métalliques.

Dans le modèle utilisé, aucune distinction n'est faite entre les particules d'argent et l'époxy au niveau de l'interface. Un micro-délaminage consiste donc simplement à une fissure d'interface avec un ou deux fronts de fissure suivant les situations.

La taille la plus élémentaire d'un micro-délaminage est donc supposée être la taille d'une particule. Le maillage définitif du modèle 2D comporte des mailles carrées de 10µm dans le joint de colle. Cela correspond à la taille maximum des particules d'argent. Une amorce de fissure due au contact des charges d'argent avec la MIC est modélisée par l'absence de conditions aux limites sur 2 nœuds de l'interface bi-matériau comme le nécessite le code de la méthode VCCT fourni par ABAQUS. La taille minimale d'un délaminage pour le maillage est donc fixée à 30µm.

3.3.4. Méthode de caractérisation : les courbes R

Caractériser ces deux types de défauts (manques de colle et micros-délaminages) demande de mettre en place une méthode plus poussée que la comparaison de la distribution de contraintes dans le joint ou proche des interfaces. La concentration de contraintes à l'interface aux bords libres d'un manque est en général caractérisée à l'aide de facteurs d'intensité de contrainte (FIC). L'ordre de la singularité dépend cependant beaucoup de la géométrie locale et de l'angle que forment les frontières des deux matériaux. Comme dit précédemment, la forme des bords libres, très aléatoire, ne fait pas partie de l'étude.

Toutefois, une hypothèse permet d'éviter de caractériser l'ordre de la singularité au bord libre. Il est supposé que la forte concentration de contraintes amorce une fissure ouverte sur le bord au niveau de l'interface dès la fin de la polymérisation. En effet, le résultat le plus probable d'une concentration de contrainte au bord est l'amorçage d'une fissure ouverte sur l'extérieur. C'est d'autant plus probable qu'avec l'hétérogénéité de la colle, un amas de particule dans cette région faciliterait la décohésion du bord de l'interface colle – MIC. Ce serait comparable à un micro-délaminage dont la position au bord n'implique qu'un seul front de fissure.

L'étude se réduit donc à la caractérisation du comportement d'un seul type de défaut : le microdélaminage, et cela suivant deux scénarios d'amorçage : ouvert sur le bord libre ou en zone courante à une position quelconque le long de l'interface MIC – colle.

La méthode retenue dans cette étude est l'évaluation de la résistance à la propagation de fissure par l'intermédiaire de courbes R. Trois aspects sont pris en compte dans cette approche : les niveaux des taux de restitution d'énergie, la mixité de mode et la stabilité.

Les niveaux des taux de restitution d'énergie sont calculés à l'aide de la méthode VCCT dans ABAQUS pour une longueur de fissure croissante à chaque simulation. La méthode VCCT permet ensuite de caractériser la mixité du mode de chargement et la stabilité du défaut sur les courbes R.

Fissure amorcée à un bord libre

La longueur initiale de la fissure débouchant sur le bord est fixée à 30µm. L'outil VCCT retenu permet d'établir des courbes de résistance à la propagation de cette fissure. La longueur est incrémentée à l'aide d'un paramètre supplémentaire codé dans le script python du modèle 2D.

Le taux de restitution d'énergie est calculé à l'aide de la méthode VCCT dans ABAQUS à chaque incrément de calcul. Le maximum de la valeur de G pour le mode I et le mode II est prise pendant le palier froid, point de chargement maximum selon l'analyse des champs de contraintes. La Figure IV-47 présente la courbe R en mode I et II d'une fissure d'interface ouverte sur le bord du joint de colle dont la longueur est progressivement incrémentée à chaque simulation.

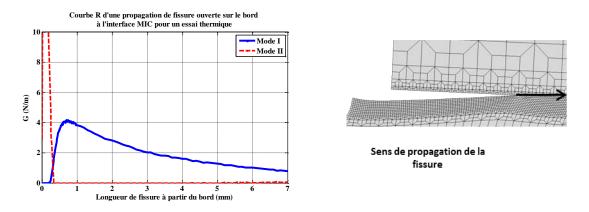


Figure IV-47: Chargement d'une fissure ouverte au bord en fonction de sa propagation

Le point singulier au bord joue également sur le chargement d'une fissure. Le mode II n'est convergent pour les premières longueurs de fissure considérées mais décroit rapidement pour devenir négligeable à 0.35mm de distance du bord.

La distribution de contraintes dans le joint intact de la Figure IV-44 indiquait une partie de l'interface en compression suivie d'une zone de pelage. Le taux de restitution d'énergie en mode I décrit ce même comportement sur la courbe R avec une zone de pelage admettant un maximum du G_I qui n'est vrai qu'au moment où la fissure atteint la longueur correspondante sur la courbe R. Au préalable, elle doit franchir une zone de fermeture ($G_I=0$) au voisinage du bord. Cette valeur du taux de restitution d'énergie en mode I réduit considérablement la possibilité qu'une fissure située au bord se propage. En effet, la compression est généralement bénéfique pour la résistance à la fissuration.

Micro-délaminages

La même méthode de caractérisation est utilisée pour les micro-fissures associées à la présence de particules d'argent tout au long de l'interface. Le tracé de courbes R implique habituellement le calcul du taux de restitution d'énergie pour une longueur de fissure croissante. Une approche différente est utilisée :

 La fissure est « déplacée » le long de l'interface sans changer de taille. Le G calculé correspond à la résistance de l'interface la propagation à partir d'un défaut à différentes abscisses de l'interface.

Un point de propagation préférentiel est recherché parmi tous les délaminages qui peuvent se présenter à l'interface. Dans un premier temps, ils sont considérés sans interaction entre eux (suffisamment espacés) de telle manière que le calcul est réalisé avec un seul délaminage à l'interface.

Rappelons que la taille élémentaire d'un délaminage est de 30µm. Le code de la méthode VCCT fournie par ABAQUS permet de traiter les deux pointes de fissure formées par le délaminage de la même façon au même incrément de calcul. Au total 4 taux de restitution d'énergie sont disponibles (2 modes de rupture sur 2 pointes de fissure). Le traitement de ces résultats permet donc de connaître le sens de propagation (extérieur ou intérieur) privilégié en fonction de la zone où se situe le délaminage.

La Figure IV-48 présente les valeurs du G_I et G_{II} calculées sur les 2 frontières d'un délaminage à différentes abscisses de l'interface de collage du composant. La courbe R de gauche rassemble les valeurs des taux de restitution d'énergie maximum en mode I et II pour les 2 pointes de fissure. A droite, les valeurs obtenues pour les fronts de fissures permettent de connaître le sens de propagation privilégié à l'interface, intérieur (vers le centre du joint) ou extérieur.

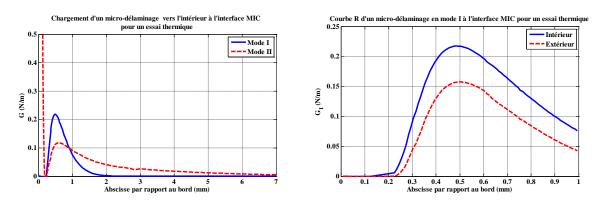


Figure IV-48 : Chargement d'un délaminage à l'interface MIC

Tout d'abord, l'évolution du chargement mixte sur le délaminage reproduit bien les champs de contraintes du joint intact. Une zone de compression ferme le délaminage au voisinage du bord alors que le mode II dépend du raffinement du maillage. S'en suit une zone d'arrachement où le mode I augmente. Le mode II forme un point d'arrêt après le point singulier et augmente de nouveau faiblement. C'est cohérent avec les profils de contraintes présents dans le joint.

En revanche, il s'avère que ce type de défaut est 5 fois moins chargé par rapport à une fissure débouchant sur le bord, premier cas de défaillance envisagée. Les niveaux des taux de restitution d'énergie sont faibles.

Il reste donc à caractériser la stabilité d'une telle fissure quand elle se propage. Le taux de restitution d'énergie n'est pas identique de part et d'autre du délaminage. Il existe une direction de propagation préférentielle qui est fonction de la localisation du défaut. Le défaut est manuellement agrandi d'un ou plusieurs nœuds dans les deux sens de propagation.

La Figure IV-49 montre que dans la zone d'arrachement, les taux de restitution d'énergie en mode I et en mode II augmentent avec la taille du défaut.

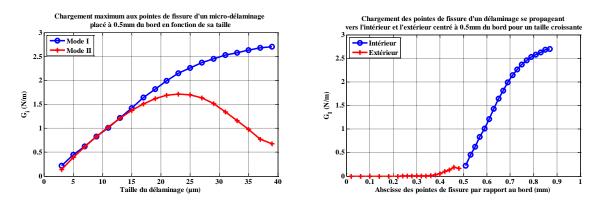


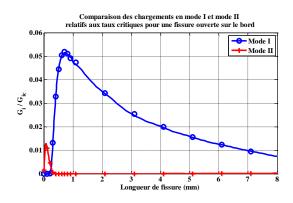
Figure IV-49 : Acroissement du chargement d'un délaminage avec son diamètre

Ce type de micro défaut est instable dans la zone d'arrachement. A mesure que le délaminage se propage et augmente en taille, son chargement en pointe de fissure augmente à cause de la perturbation qu'il cause au sein du joint. C'est aussi le cas en mode II, bien que les niveaux du G_{II} ne soient pas comparables au mode I en termes de criticité.

Mode I prédominant

De façon à comparer la criticité des défauts considérés jusqu'ici, le micro-délaminage et la fissure ouverte au bord, il est nécessaire de comparer leur taux de restitution en mode I et en mode II par rapport aux taux critiques issus du chapitre III.

La Figure IV-50 présente les niveaux de charge normalisés en fonction du $G_{Ic}=80\,N/m$ et du $G_{IIc}=1000\,N/m$ issus de la caractérisation DCB et ENF du système colle – Kovar, seuls résultats disponibles.



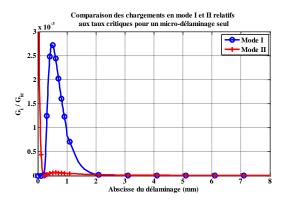


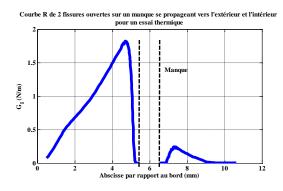
Figure IV-50 : Comparaison de la mixité du chargement d'une fissure ouverte et d'un délaminage seul

Sur tous les cas de défauts considérés, sans traiter de la zone de divergence due aux points singuliers, le mode I est prépondérant sur le mode II. Ce constat nous conduit à négliger ce chargement dans toute la suite de l'étude.

Joint avec manques

Le même empilement est modélisé avec un manque de 1mm en zone courante. Dans un premier temps, la courbe R de 2 fissures amorcées au bord du manque de colle est calculée avec l'incrémentation progressive de la longueur des fissures (cf. Figure IV-51 à gauche). Leur taille est incrémentée simultanément par simplification. Ensuite, un délaminage de 30µm est placé à différentes abscisses de l'interface MIC – colle où il forme deux fronts de fissure dont le chargement en mode I est aussi calculé à l'aide de la méthode VCCT (cf. Figure IV-51 à droite).

D'après les résultats, les niveaux du taux de restitution d'énergie en mode I restent relativement faibles mais du même ordre de grandeur que les cas précédents.



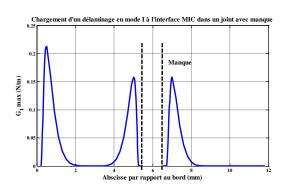


Figure IV-51 : Chargement d'une fissure et d'un délaminage à l'interface MIC pour un joint muni d'un manque de colle

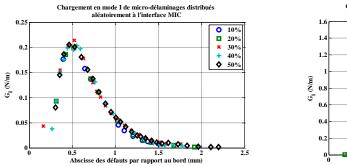
La courbe R d'une fissure amorcée sur les bords libres d'un manque de colle présente une évolution différente entre la propagation vers l'intérieur et l'extérieur. Les niveaux du G_I sont plus élevés pour la fissure se propageant vers l'extérieur atteignant presque 2 N/m contre 0.25 N/m dans l'autre sens. Côté stabilité, une zone de fermeture précède l'accroissement du chargement des pointes de fissure en mode I qui atteint un maximum avant de diminuer et tendre vers 0 à mesure que les fissures s'agrandissent.

Dans le cas du micro-délaminage positionné le long de l'interface colle — MIC, l'évolution du G_I autour du manque de colle est similaire à celle constatée au bord extérieur. Les niveaux maximum sont très proches bien que la zone de pelage au bord extérieur soit la plus critique. Encore une fois, le manque de colle reproduit le déséquilibre causé par l'accident géométrique d'un bord libre, que ce soit le ménisque ou un manque.

Interaction des défauts

Les délaminages au voisinage des bords libres (sans être ouverts sur le bord) sont des défauts présents à l'instant initial et susceptibles d'amorcer la propagation de fissures. Ce phénomène d'interaction entre la zone d'arrachement due au bord libre et le délaminage peut être généralisé de manière à savoir de quelle façon la coalescence entre ces défauts (délaminages issus de particules d'argent et porosités) génère des cas de charge critiques. Deux cas d'interaction sont étudiés.

Tout d'abord, des micros-délaminages (30μm) sont distribués aléatoirement à l'interface de la MIC dans un joint sans manque.



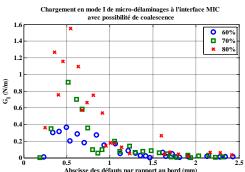


Figure IV-52: Taux de restitution d'énergie en mode I aux bords des délaminages à l'interface MIC

Il n'y a pas un chargement significativement supérieur lorsque le nombre de micro délaminages modélisés à l'interface augmente avant de considérer des amas de particules ou couches qui impliqueraient des délaminages plus étendus. Entre 20 et 50% de la surface délaminée, le taux de restitution d'énergie en mode I est du même ordre que pour un délaminage seul, ce qui montre que l'interaction des délaminages entre eux est presque inexistante pour cette taille de défauts.

Au-delà d'un certain seuil le chargement des délaminages distribués pour un taux entre 60 et 80% de la surface totale augmente progressivement jusqu'à environ 2 N/m pour un joint sans manque. La taille des délaminages ou encore leur proximité rend leur chargement plus critique.

Dans un deuxième temps, une distribution aléatoire de manques de 0.5mm est modélisée dans le joint de colle. Cela permet de mettre en évidence l'influence de l'interaction des manques sur le chargement des micros délaminages issus de particules d'argent en contact avec la MIC. La Figure IV-53 montre le chargement en mode I des délaminages distribués aléatoirement à l'interface MIC autour de manques de 0.5mm distribués aléatoirement dans le joint de colle.

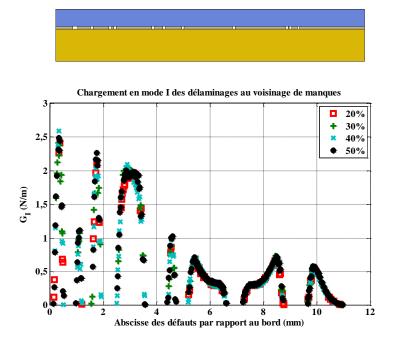


Figure IV-53 : Chargement des micro délaminages distribués à l'interface MIC à différente concentration

Deux phénomènes se cumulent ici. Il y a la réduction de la surface efficace, d'une part, et l'effet de proximité des manques qui agissent sur le chargement en mode I des micros-délaminages.

Cependant, les courbes R mettent en évidence une hiérarchisation des zones les plus chargées. La périphérie du collage est la zone de chargement critique de l'assemblage.

3.3.5. Scénario proposé pour l'apparition de la défaillance

Les bords libres (ménisque et manques) créent des points singuliers où une concentration de contraintes peut amorcer une fissure. Sa propagation débute dans une zone sous compression dans le cas d'un essai thermique. La fissure devrait franchir cette zone avant de se comporter de manière instable. Au-delà, le mode II peut être négligé d'après les mesures des taux de restitution d'énergie critiques en mode I et II, et il existe une zone d'arrachement où le mode I est propondérant.

A l'inverse, un micro-délaminage créé par une particule en contact à l'interface dans la zone d'arrachement possède une instabilité immédiate. Ces défauts auront tendance à se propager et à coalescer à l'interface. De plus, une interaction existe entre ces micro-délaminages et les manques. Le mode de chargement critique reste le mode I dans la zone de pelage en périphérie de collage. Cette zone caractéristique de l'interface dépend de la géométrie et des conditions d'essai. Elle est traitée dans la suite de l'étude à partir du cas général du joint sain : sans manque.

Le scénario de défaillance alors proposé prend ce micro-délaminage comme point de départ. La première étape est la propagation d'un micro-délaminage initialement présent en zone d'arrachement à l'interface et naturellement instable.

Le chargement caractéristique de l'interface est pris égal au chargement en mode I maximum d'un micro délaminage de 30µm en périphérie du collage au palier froid (cf. Figure IV-54). Il constitue la variable extraite pour l'étude paramétrique numérique et l'analyse de sensibilité.

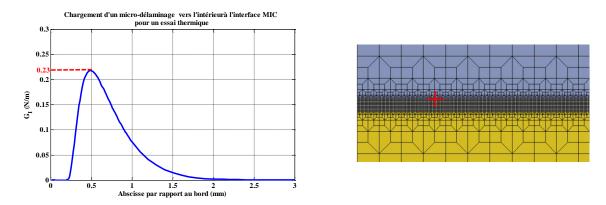


Figure IV-54: Point de chargement caractéristique en mode I de l'interface MIC - colle

3.4. Analyse de sensibilité

L'objectif principal de cette partie est d'estimer le chargement du point de départ de la défaillance en fonction de plusieurs paramètres. Il est nécessaire de connaître les facteurs influant sur l'apparition de la défaillance pour achever la caractérisation du mécanisme de défaillance de l'assemblage soumis à un cyclage thermique C'est l'objet de la seconde approche définie en introduction de ce chapitre. Les facteurs identifiés comme très influents sur la défaillance pourront ensuite servir à la définition d'une campagne de fatigue de l'assemblage.

3.4.1. Démarche et hypothèses de calcul

La démarche suivie pour identifier ces paramètres influents est de réaliser une analyse de sensibilité sur un modèle simplifié de l'assemblage : un méta-modèle. Il s'agit d'un polynôme qui a pour objectif de reproduire les solutions du modèle éléments finis, gourmand en temps de calcul. Pour cela, une étude paramétrique permet de tester différents niveaux de facteurs, comme dans les plans d'expériences, et d'identifier les coefficients du polynôme qui approche le plus fidèlement possible la surface de réponse. Le détail des calculs et de la construction des méta-modèles sont disponibles en annexe B.3.2. Cette première étape nécessite un nombre important de simulations qui n'est pas envisageable sur un modèle 3D. En revanche, elle est réalisable à partir du modèle 2D. L'analyse de sensibilité est réalisée sur les méta-modèles suivant la méthode de Sobol basée sur la variance et détaillée en annexe B.3.3.

Trois méta-modèles sont successivement construits en entrée des paramètres traitant de la géométrie de l'assemblage collé, des conditions de cyclage imposées et de la distribution des défauts. L'analyse de sensibilité de ces paramètres est nécessaire car ils sont susceptibles d'avoir une influence sur le chargement critique du collage.

Le chargement critique du collage correspond ici à la valeur maximum du taux de restitution d'énergie en mode I pris à la pointe de fissure d'un micro-délaminage se trouvant dans la zone de

pelage. La valeur du G_I et la localisation du délaminage dépendent des entrées et notamment de la géométrie. De façon à ne pas déplacer un délaminage à différentes positions pour chaque cas du plan numérique, une distribution aléatoire de micro-délaminages est considérée à l'interface colle – MIC de l'assemblage 2D.

Il a été vu précédemment, qu'une concentration de micro-délaminages non coalescents d'environ 40% de la surface collée permet d'obtenir le taux de restitution d'énergie maximum en un seul calcul sans que les résultats ne dépendent des délaminages voisins. Dans cette étude, les délaminages font $30\mu m$ de longueur sans être jointifs. La valeur du G_I maximale forme la surface de réponse à reproduire à l'aide du méta-modèle qui convient.

3.4.2. Géométrie de l'assemblage

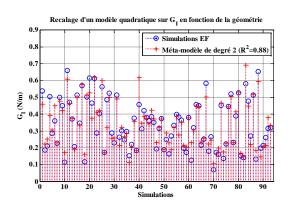
Le Tableau IV-11 liste les paramètres pris en compte dans cette étude paramétrique numérique. Les domaines de variation des paramètres sont choisis en fonction des applications courantes.

Tableau IV-11 : Liste des paramètres géométriques de l'étude paramétrique

Paramètre	Min	Max	
Epaisseur MIC h_{MIC}	0.5mm	1.5mm	
Epaisseur Kovar h_{supp}	1mm	5mm	
Longueur empilement ${\cal L}$	10mm	30mm	
Epaisseur joint h_{joint}	50μm	200µm	

L'ordre d'un méta-modèle est choisi en fonction de la complexité de la réponse à recaler et du nombre de paramètres en entrée. Des méta-modèles quadratiques et cubiques sont identifiés sur la surface de réponse G_I . L'erreur d'approximation faite par le méta-modèle aux points calculés est évaluée à l'aide du coefficient de corrélation \mathbb{R}^2 .

La Figure IV-55 montre la qualité du recalage des méta-modèles quadratiques et cubiques sur la réponse des 100 simulations d'un plan paramétrique portant sur la géométrie. Les coefficients des méta-modèles sont disponibles en annexe B.3.4. Le méta-modèle cubique arrive à une corrélation supérieure au modèle quadratique avec $R^2=0.94$. Un méta-modèle de degré 4 pourrait améliorer l'approximation de la réponse mais est plus délicat à mettre en place.



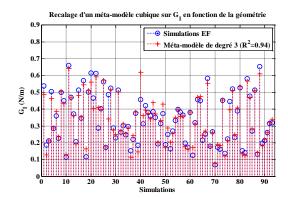


Figure IV-55 : Résultats d'identification des méta-modèles sur les cas de simulation (étude géométrique)

Le méta-modèle cubique est donc retenu pour l'analyse de sensibilité du G_I en fonction de la géométrie. Ce sera aussi le cas pour les 2 autres études (conditions thermiques et distribution de défauts).

Un méta-modèle de degré supérieur à 1 ne donne pas directement une idée de l'influence des paramètres d'entrée sur la réponse. Souvent l'ordre de grandeur d'un coefficient dépend du domaine de variation du facteur correspondant. C'est pourquoi l'analyse de sensibilité est réalisée d'après la méthode de Sobol basée sur la variance des paramètres et de la réponse.

Sensibilité aux paramètres géométriques

Le nombre de tirages aléatoires que demande la méthode de Sobol ne permet pas de réaliser l'étude directement sur le modèle éléments finis ABAQUS. En revanche calculer un polynôme de degré 3 pour chaque tirage de paramètres est parfaitement possible.

Le diagramme barres de la Figure IV-56 montre les résultats de l'analyse de sensibilité. Les barres bleues représentent les indices de Sobol de premier ordre, c'est-à-dire l'influence des facteurs seuls, tandis que les indices totaux, combinant en plus la variabilité dues aux interactions, sont représentés en rouge. Lorsqu'un indice total est supérieur à l'indice de premier ordre correspondant, cela signifie que le paramètre géométrique est influent sur la réponse via ses interactions avec les autres paramètres.

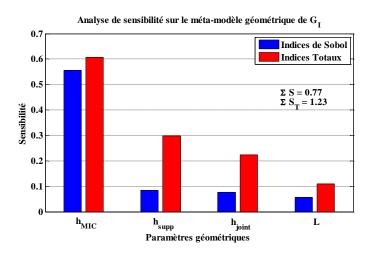


Figure IV-56 : Indices de sensibilité des paramètres géométriques du collage

Les niveaux obtenus pour les 4 paramètres considérés dans l'étude paramétrique numérique confirment que l'influence de l'épaisseur du joint est supérieure à celle de la longueur de l'empilement sur le chargement en mode I d'un micro-délaminage à l'interface de la MIC. Les épaisseurs des adhérents ont une influence prépondérante à cause de leurs raideurs.

3.4.3. Conditions de cyclage thermique

Deux étapes identiques sont suivies pour l'analyse de sensibilité du G_I en fonction des conditions de cyclage thermique. La géométrie considérée correspond au cas proche de l'application industrielle utilisé précédemment. Les paramètres thermiques sont listés dans le Tableau IV-12.

Paramètre	Min	Max
Température du palier chaud T_{max}	30°C	125°C
Température du palier froid T_{min}	-60°C	30°C
Temps de palier Δt	2min	60min

Tableau IV-12 : Liste des paramètres de l'analyse de sensibilité thermique

Cette fois-ci, l'analyse de sensibilité thermique nécessite la définition d'une nouvelle consigne en température pour chaque cas simulé. L'évolution de la température au cours du temps comprend toujours la phase de refroidissement de 150°C (température libre de contraintes) jusqu'à l'ambiante suivie du cycle thermique. En fonction de la valeur des 3 paramètres, un profil de température est construit à l'aide d'un calcul d'échanges thermiques par convection en 1D.

La Figure IV-57 montre les différents profils imposés uniformément à l'assemblage modélisé dans ABAQUS.

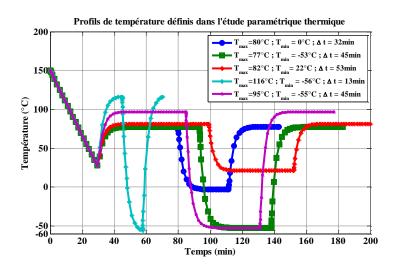


Figure IV-57 : Exemples de profils thermiques simulés dans l'analyse de sensibilité

La qualité des recalages des méta-modèles d'ordre 2 et d'ordre 3 n'est pas satisfaisante (cf. Figure IV-58). En effet, la réponse extraite pour cette étude paramétrique varie relativement peu en fonction des entrées. Cela peut s'expliquer par la plage de variation restreinte de ces paramètres. La complexité de chargement du joint soumis au cycle thermique imposé peut en être la raison. Les propriétés du joint dépendent de la température, mais aussi le chargement dû au différentiel de dilatation thermique et aussi son état de relaxation viscoélastique en fonction du temps. Les métamodèles testés n'ont pas une précision suffisante.

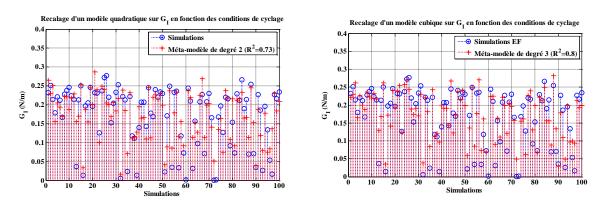


Figure IV-58 : Résultats d'identification des méta-modèles sur les cas de simulations (étude sur les conditions de cyclage thermique)

Malgré le faible \mathbb{R}^2 obtenu, l'analyse de sensibilité est réalisée sur le méta-modèle cubique recalé sur la surface de réponse du G_I . Les résultats de l'analyse de sensibilité réalisée sur le méta-modèle cubique obtenu sont illustrés en Figure IV-59.

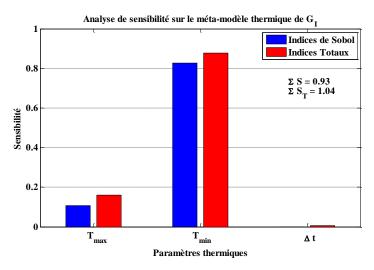


Figure IV-59 : Indices de sensibilité des paramètres thermiques du collage

La température de palier froid s'avère être le paramètre le plus influent sur le taux de restitution d'énergie en mode I. En revanche la température de palier chaud arrive en deuxième position tandis que l'influence du temps de palier est négligeable. Cela indique que le chargement en mode I de l'assemblage dépend d'abord du point froid que du point chaud ou encore de l'écart entre les deux puisqu'il n'y a pas un couplage significatif de ces facteurs (indices totaux proches des indices de Sobol). En d'autres termes, l'écart de température de palier froid avec la température de cuisson est le facteur prépondérant dans le chargement de l'assemblage.

3.4.4. Distribution des manques dans le joint de colle

Toujours dans l'objectif d'identifier les facteurs d'influence sur l'initiation de fissure à l'interface MIC, une 3^e étude paramétrique numérique est menée sur la distribution des manques dans le joint. Il est clair que la concentration des manques dans le joint a une influence directe sur le chargement des micro-délaminages distribués à l'interface MIC. L'objectif est de savoir dans quelle proportion par rapport à la largeur des manques ou encore à leur proximité. En effet, ces deux derniers facteurs produisent une zone d'arrachement critique dans leur voisinage. Il est intéressant de savoir s'il est préférable de répartir les manques dans le joint (comme pour les motifs étalés du plan 1) ou les conserver relativement localisés pour préserver la présence de zones non endommagées (tels que des macro-manques dans un motif de dispense par plots de colle).

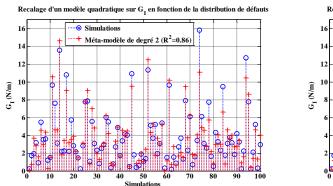
Les paramètres testés cette fois-ci sont listés dans le Tableau IV-13. Les manques sont générés aléatoirement de la manière suivante. A chaque tirage, de sa position sur l'abscisse du joint de colle, on teste sa proximité avec des manques déjà placés et avec le bord. Si l'écart bord à bord est inférieur au facteur e un nouveau tirage est requis. La taille des manques varie à chaque tirage en fonction des bornes du facteur l et vient incrémenter le taux de manques présents dans le joint jusqu'à atteindre la limite de concentration C.

Le reste du modèle est inchangé. Les dimensions correspondent au cas proche de l'application industrielle choisi pour la seconde approche avec une distribution de micro-délaminages permettant de mesurer le taux de restitution d'énergie en mode I maximum à l'interface colle – MIC.

Tableau IV-13 : Liste des paramètres de l'analyse de sensibilité de la distribution de manques

Paramètres	Min	Max
Concentration des manques ${\cal C}$	5%	70%
Largeur des manques $oldsymbol{l}$	50μm	1mm
Ecart minimal possible entre les $porosit\acute{es}e$	50μm	100μm

Le recalage des méta-modèles sur les 100 simulations viscoplastiques du modèle 2D ABAQUS est d'une qualité moyenne avec un coefficient de corrélation $R^2=0.88\,\mathrm{pour}$ le méta-modèle cubique.



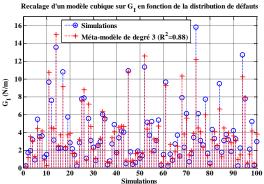


Figure IV-60 : Résultats d'identification des méta-modèles sur les cas de simulation (étude sur la distribution de défauts)

L'amplitude de variation de la réponse est beaucoup plus importante dans cette étude. Cela confirme que les défauts génèrent de forts chargements, en particulier en mode I aux pointes de fissures des miro-délaminages, susceptibles ensuite d'initier une défaillance. L'analyse de sensibilité indique que la proximité des manques a bien moins d'influence sur le chargement que la taille ou la concentration des manques (cf. Figure IV-61).

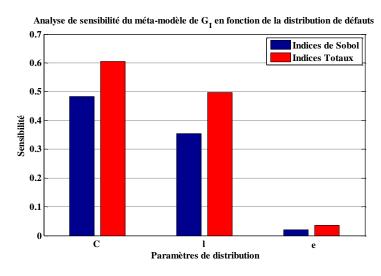


Figure IV-61 : Indices de sensibilité des paramètres de distribution des défauts dans le joint

3.5. Définition des configurations les plus critiques

L'autre utilisation des méta-modèles, en plus de l'analyse de sensibilité, est la résolution de problèmes d'optimisation sur la surface de réponse. Une valeur objectif est requise sur la réponse et une combinaison des paramètres est recherchée pour s'en approcher. Le problème peut se réduire aux facteurs les plus influents détectés lors de l'analyse de sensibilité et permettre ainsi la définition de configurations dimensionnantes vis-à-vis du mode de défaillance constaté.

Dans le cas où l'épaisseur de MIC est fixée à $h_{MIC}=0.635\,mm$ et le support à $h_{supp}=1.2\,mm$ comme pour le cas proche application modélisé au début de la seconde approche, jouer sur l'épaisseur de joint semble être le meilleur moyen de gérer le niveau de chargement de la MIC d'après les résultats de l'analyse de sensibilité géométrique. La définition d'un point de fonctionnement ou d'un cas critique de chargement en mode I de l'interface fait intervenir le métamodèle sur les deux paramètres non fixés comme le montre la Figure IV-62.

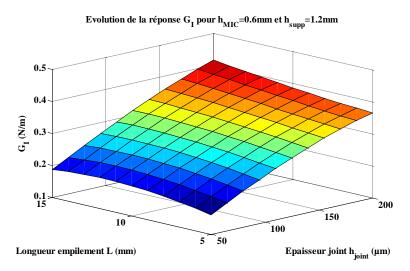


Figure IV-62 : Evolution de la réponse G_I en fonction des paramètres géométriques modifiables

L'épaisseur de joint ne faisait pas partie des paramètres du premier plan d'expériences. Pour valider ces tendances et surtout l'influence de l'épaisseur du joint en comparaison de la taille de l'assemblage dans le cas d'un joint sans manque, il doit faire partie des facteurs d'un second plan d'expériences.

De la même façon le cycle thermique peut être modifié pour une géométrie donnée de façon à solliciter davantage l'assemblage. En fixant la température maximale de cyclage à 125°C par exemple, il est possible d'afficher l'évolution du G_I en fonction de la température du palier froid et du temps de palier du cycle (cf. Figure IV-63).

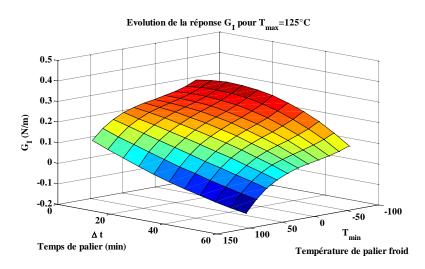


Figure IV-63 : Evolution de la réponse G_I en fonction des paramètres thermiques modifiables

Un cycle légèrement moins sévère consisterait à appliquer une température minimale de -30°C pour un temps de palier entre 5 et 10 min avec pour résultat un G_I diminué de 10%. C'est avec ce type d'outil qu'il est possible d'établir une campagne de fatigue à plusieurs niveaux de sollicitation bien choisis pour en déterminer une loi expérimentale.

3.6. Plan d'expériences 2

Le plan d'expérience n°2 est réalisé pour valider les analyses faites à partir du premier plan d'expériences et de l'étude numérique menée à partir du modèle 2D. Il cible plus particulièrement la géométrie du joint de colle et la présence de manques. Les états de surface ne font plus partie de l'étude. Les préparations standards, surfaces polie-rectifiées dorées, sont maintenues pour toutes les MIC et supports Kovar de ce plan.

3.6.1. Objectifs

Le principal objectif de ce plan d'expériences consiste à valider les conclusions et hypothèses tirées de l'étude numérique précédente et à confirmer le scénario de défaillance proposé : un décollement par coalescence des micro-délaminages responsables de l'initiation de la fissuration de l'interface du joint jusqu'à la ruine. L'initiation est attendue en périphérie du collage et en priorité aux voisinages des manques et bords.

Les facteurs du plan sont le taux de manques qui localise le dommage, l'épaisseur de joint et la taille des composants qui reste la problématique initiale de ces travaux.

3.6.2. Matrice d'essais

Le Tableau IV-14 liste les paramètres du second plan d'expériences. Le facteur (S) pour surface de collage permet de créer des macro-manques de colle dans le joint suivant un motif de dispense intégral ou seulement exécuté à 70%.

Tableau IV-14 : Détails du plan d'expérience n°2

Réf	Facteurs	Niveau 0	Niveau 1	
Т	Taille de MIC	12x12 mm x 0.635mm	24x24 mm x0.635mm	
E	Epaisseur de joint	100μm	200µm	
S	Surface de collage	Intégrale	environ 70%	

La taille plus réduite de ce plan d'expériences permet de réaliser un plan complet dont la matrice d'essais correspondante est donnée en Tableau IV-15.

Tableau IV-15: Matrice d'essais

_		Α	В	U	D	E	F	G	H
	Т	0	0	0	0	1	1	1	1
	Ε	0	0	1	1	0	0	1	1
	S	0	1	0	1	0	1	0	1

Les 8 cas définis par ce plan d'essais sont chacun répétés 4 fois soit 32 éprouvettes au total.

3.6.3. Réalisation des éprouvettes

La fabrication des éprouvettes du second plan d'expériences diffère des premiers VT. Les MIC sont collés individuellement sur leur support Kovar de façon à faciliter le contrôle et à réduire l'inertie thermique importante des premiers VT. Les dimensions des plaques sont fixées à 120mm de long pour 70 mm de largeur. L'épaisseur des plaques est 1.2mm et correspond à celle généralement utilisé dans les boitiers des technologies radio fréquence.

Les états de surface du support Kovar et des carrés d'alumine sont les standards définis dans le cas d'étude de ces travaux de thèse. Les MIC sont toutes polies-rectifiées dorées et les plaques de Kovar sont revêtues d'une couche d'or par galvanisation.

Les composants sont collés au centre des plaques. Le procédé de collage automatique est modifié de façon à bien contrôler les niveaux des facteurs de surface collée (S) et d'épaisseur de joint (E). Le premier fait appel à la définition d'un nouveau motif pour en maîtriser la quantité de colle distribuée. Le contrôle du second facteur, l'épaisseur de joint nécessite un calibrage manuel que ne fournit pas le dispositif de collage automatique.

<u>Un nouveau motif</u>

La dispense de colle est divisée en motifs élémentaires. Une spirale de 4x4mm de côté est définie comme motif de base. La spirale est répétée 9 fois pour le collage des MIC de 12x12 mm² et 36 fois pour les MIC de 24x24 mm². La Figure IV-64 montre un motif de dispense pour un cas de collage intégral (le facteur (S) au niveau 0).

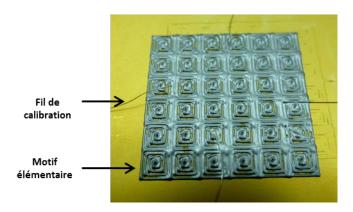


Figure IV-64 : Photograhie d'un motif intégral pour une MIC de 24x24mm² et des calles (fils calibrés) disposées sur les côtés

Au niveau 1, des « macro-porosités » sont créées en supprimant la dispense de spirales à intervalles réguliers. Le schéma de la Figure IV-65 montre la répartition des manques de colle retenue pour les deux tailles de composants collés.

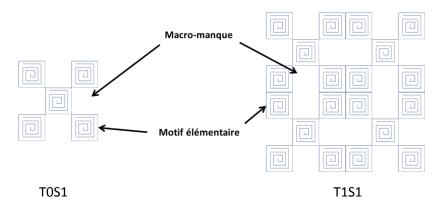


Figure IV-65 : Répartition de la colle pour les cas avec macro-manques

Le calibrage de l'épaisseur du joint de colle

Le calibrage du joint est réalisé à l'aide de fils d'argent de 100 et 200µm de diamètre placés de chaque côté du collage comme visible en Figure IV-64. La plaque d'alumine est déposée sur les fils et pressée en dehors du robot.

Les fils sont retirés avant polymérisation pour ne pas opposer de résistance lors du propre retrait de la colle après cuisson. La quantité de colle dispensée doit aussi être adaptée à la hauteur de MIC considérée. Le paramètre de dispense concerné s'appelle le gap. C'est la hauteur à partir de laquelle, l'aiguille distribue la colle. Le gap correspondant à une épaisseur de joint de 100µm est 120µm de hauteur par rapport au support Kovar. De même, un gap de 220µm est nécessaire pour obtenir l'épaisseur de joint de 200µm.

Plusieurs essais préliminaires permettent d'optimiser les vitesses et débits de dispense en fonction des gaps fixés.

3.6.4. Contrôles

Epaisseur de joint de colle

Le contrôle de l'épaisseur du joint de colle après polymérisation est réalisé à l'aide du palpeur laser de la machine de dépose automatique. Il peut effectuer deux mesures de hauteur, une par rapport au support et l'autre par rapport au composant collé. La différence entre ces deux mesures correspond à l'épaisseur du joint de colle additionnée à celle de la MIC (de 0.635mm).

Avec une précision de l'ordre de la dizaine de microns, il est alors possible de vérifier le bon respect des niveaux 0 et 1 du facteur (E). Le Tableau IV-16 liste les mesures d'épaisseur de joint de colle pour les 32 éprouvettes réalisées pour le plan d'expérience n°2.

Tableau IV-16 : Mesures en µm de l'épaisseur des joints de colle des 32 éprouvettes du plan d'expériences 2

Cas	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4
T0E0S0 (100μm)	85	45	65	95
T0E0S1 (100μm)	115	85	115	95
T0E1S0 (200μm)	165	105	165	155
D0E1S1 (200μm)	215	115	225	185
T1E0S0 (100μm)	95	95	95	95
T1E0S1 (100μm)	115	125	65	175
T1E1S0 (200μm)	165	125	215	215
T1E1S1 (200μm)	235	215	245	265

Certaines éprouvettes présentent un écart important par rapport à la valeur visée dans le plan d'expériences (en rouge dans le Tableau IV-16). Ainsi le groupe d'échantillons Lot 2 est écarté pour non-conformité.

Etat des interfaces de collage au MAB

Une analyse au Microscope Acoustique à Balayage est réalisée à l'état initial. La Figure IV-66 présente un cliché MAB pour chaque cas du plan d'expérience. Pour l'ensemble des éprouvettes, les analyses MAB sont conformes aux attentes et tous les facteurs sont bien représentés.

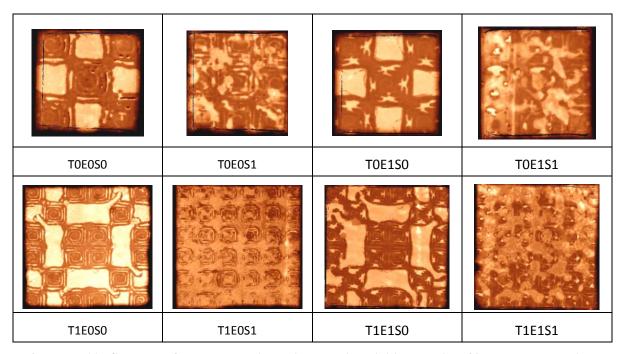


Figure IV-66 : C-scans de 8 cas du plan d'expériences à l'état initial parmi les 32 éprouvettes réalisées

Des échos d'amplitudes différentes traduisent la présence de couches de densité variable en contact avec l'interface de la MIC pour les cas de collage intégral (cas S1). Il peut s'agir de fines couches d'air ou bien d'un constituant de la colle non chargé et moins dense ayant migré à l'interface.

A l'opposé, les cas avec macro-manques présentent des variations de densité plus franches, et de meilleurs contrastes au MAB, entre les plots de colles et les manques de colle. Le collage semble de meilleure qualité en présence de manques que pour des motifs de dispense pleins.

Aucune instrumentation particulière n'est utilisée pour ces essais autres que les deux thermocouples de suivi habituels. Le cycle thermique imposé correspond à la norme ESA [1]. Les consignes de températures des 2 étuves sont adaptées à l'inertie des éprouvettes pour atteindre –55°C et +125°C en moins de 10min.

La durée totale de la campagne est d'environ 3 mois. Des prélèvements sont réalisés après 100, 200 et 400 chocs pour passer les éprouvettes au MAB.

3.6.5. Sorties du plan d'expériences 2

Les 32 éprouvettes de la campagne ont toutes subi 400 cycles au total. Un contrôle MAB est réalisé sur l'ensemble des éprouvettes à 100, 200 et 400 chocs thermiques cumulés. L'interprétation des clichés doit permettre d'évaluer l'instant de l'apparition de la défaillance et aussi d'en caractériser la dynamique en fonction des paramètres du plan d'expériences.

Il y a bien délaminage d'une partie de la surface de collage entre les différentes analyses MAB. La Figure IV-67 présente l'évolution du collage T0E1S0 n°4 vu au MAB aux intervalles de prélèvement.

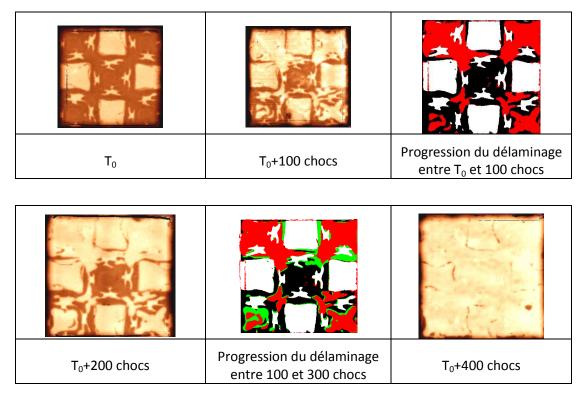


Figure IV-67 : Evolution du cas T0E1S0 n°4 au cours des essais thermiques

L'interprétation des différents clichés MAB ne permet cependant qu'une comparaison qualitative par traitement d'image. Les zones en rouge correspondent aux régions du collage où le niveau de contraste change après 100 chocs par rapport au MAB initial à TO. Les délaminages apparus après 300 chocs sont représentés en vert.

Un classement des facteurs de ce second plan est réalisé à partir des défaillances visibles au MAB. La Figure IV-68 montre l'influence des facteurs épaisseur de joint (E) et taille de MIC (T) sur les collages avec manques.

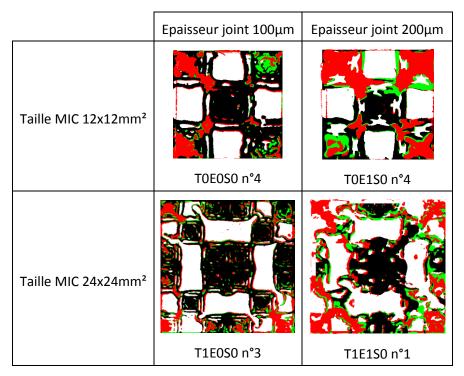


Figure IV-68 : Comparaison des MAB après 300 chocs en fontion des niveaux des facteurs (E) et (T)

Les collages avec manques de colle présentent un endommagement d'environ 30% de la surface collée dès 100 chocs thermiques tandis que les collages avec motif complet ont un décollement que de 5% ou moins même après 300 chocs. Cela montre encore l'importance du motif de dispense et le rôle des manques dans l'initiation de l'endommagement à l'interface de la MIC. Les collages d'épaisseur 200µm présentent dans l'ensemble une surface délaminée plus importante (environ 45 à 50%) que les collages de 100µm de joint de colle. C'est aussi bien visible sur les petites MIC que sur les grandes MIC. La taille de MIC ne semble pas jouer sur la tenue des collages. L'ensemble des C-scans réalisés au MAB sont disponibles en annexe B.4.

Le classement de l'influence des facteurs sur la défaillance à l'interface du composant est le suivant :

1) L'épaisseur du joint de colle

Cette observation vient confirmer les résultats numériques. L'épaisseur du joint de colle joue un rôle non négligeable dans le chargement global du collage de composant. Il influe sur le chargement d'un défaut à l'interface et sa propagation au cours des chocs thermiques.

2) Le motif de dispense

Les deux motifs de dispense présentent deux types de défauts différents : les manques de colle et les fines couches de faible densité à l'interface (air ou époxy non chargée). Le rôle des défauts observés sur les collages pleins dans la tenue des assemblages est moins évident.

3) La taille des composants

La taille du carré d'alumine ne ressort pas de manière significative en tant que paramètre influent de cette dernière étude. Les délaminages sont constatés aussi bien sur les petites MIC que les grandes et avec le même instant d'apparition.

4. Bilan

Un premier plan d'expériences a permis d'identifier les défauts d'interface observés en périphérie et autour des manques de colles. Ces défauts ont été modélisés dans ABAQUS. La localisation de ces défauts s'explique par l'existence d'une zone critique où les micro-délaminages sont plus chargés en mode I.

L'accident géométrique que forme un manque ou un bord libre sollicite le voisinage de l'interface en mode I et notamment les micro-délaminages créés par les particules d'argent. Le facteur taille de MIC n'est pas ressorti comme un paramètre influent du second plan d'expériences, lequel met davantage en relief le rôle du motif de dispense et de l'épaisseur du joint. Cependant, les manques non contrôlés sont de nombre et de taille croissante avec la taille de la MIC. Cela peut expliquer en partie les observations faites par le partenaire industriel lors d'investigations préliminaires.

Le scénario de fatigue retenu est celui d'une coalescence lente en mode I de micro-délaminages placés dans une zone critique au voisinage d'une singularité. Un délaminage de taille se propage en mode I jusqu'à la ruine système.

CHAPITRE V. CARACTERISATION EN FATIGUE DE L'ASSEMBLAGE

Les travaux de caractérisation en fatigue des assemblages à base de composants d'alumine collés sont présentés dans ce chapitre. Ils s'appuient sur une campagne d'essais divisée en deux parties : un vieillissement des éprouvettes en étuve et un vieillissement en flexion 3 points. Les éprouvettes de fatigue sont choisies proches de l'application industrielle.

Les outils développés dans le chapitre IV sont utilisés dans la mise en place d'un essai de fatigue en étuve sur 2 cycles thermiques différents. La dynamique et le manque de moyen de suivi en temps réel en étuve ne permet pas une campagne de fatigue suivant cet essai. Un essai purement mécanique est alors proposé dans ce chapitre comme une alternative de caractérisation en fatigue de composants collés.

1. Introduction

Les objectifs de cette caractérisation du comportement en fatigue de l'assemblage collé sont :

1) Définir un essai de fatigue mécanique de substitution

L'absence de moyen de suivi adapté aux essais en étuve ne permet pas de mener à bien une campagne de fatigue avec un nombre important d'échantillons. De plus, la faible fréquence de cyclage des essais thermiques limite considérablement le nombre de cycles atteignable. C'est pourquoi la définition d'un essai mécanique susceptible de produire des mécanismes de défaillance voisins de ceux introduits par le cyclage thermique est investiguée.

2) Déterminer une loi de fatigue à coefficients expérimentaux

A l'aide de l'essai mécanique, une courbe de seuil de propagation peut être envisagée en fonction du taux de restitution d'énergie. Cela constituerait un premier point de comparaison avec les essais thermiques.

3) Etablir une forme d'équivalence entre essais de fatigue mécaniques et essais thermiques.

Après que la loi de fatigue ait été identifiée à partir des essais mécaniques, il faut étudier la possibilité de la corréler aux essais de qualification thermiques imposés par la norme ESA [1].

2. Essai mécanique proposé

Suite à la revue d'essais mécaniques déjà réalisés sur des composants électroniques dans le premier chapitre, l'essai de flexion 3 points mixte est retenu pour caractériser la fatigue de l'assemblage.

2.1.Modèle EF 2D

Le modèle éléments finis de l'essai de flexion 3 points est basé sur une version modifiée du modèle 2D présenté au chapitre IV.

2.1.1. Contact du rouleau

Le plan de symétrie médian est conservé et le rouleau centré sous l'alumine n'est pas modélisé. Une 4^e pièce est ajoutée à l'empilement pour modéliser un des trois rouleaux du dispositif de flexion. C'est un cylindre maillé par des éléments rigides linéaires 1D référencés R2D2 dans ABAQUS. La taille des éléments correspond à la taille de maille du support après grossissement. Le cylindre est de 10mm de diamètre et est placé à 50mm du centre de l'éprouvette en contact avec le support comme illustré en Figure V-1.

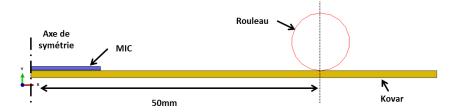


Figure V-1 : Modèle 2D de l'essai de flexion 3 points

Une contrainte de corps rigide est appliquée au rouleau. Il est alors rattaché à un point de référence qui constitue le point sur lequel appliquer les conditions limites pour le pilotage de l'essai de flexion.

Le contact entre le rouleau et la surface du support est pris en compte dès le début de la simulation. Une condition de contact « Surface-to-surface » est utilisée avec des propriétés de contact définies par :

- Absence d'efforts tangents, contact sans friction.
- Effort normal de type contact dur avec pénalité linéaire à la pénétration des nœuds.

C'est une condition de contact standard dont la précision n'est pas l'objet de l'étude et peut être négligée. L'important est de transmettre les consignes d'effort et de déplacement au support en flexion tout en permettant un déplacement relatif (glissement) au niveau de cette liaison latérale.

2.1.2. Phase de refroidissement initiale

Le point de départ des simulations est le même que pour les essais thermomécaniques en étuve. Il s'agit de construire le champ de contraintes résiduelles à partir de la température libre de contraintes de 150°C, température de polymérisation au four. Le refroidissement initial de l'éprouvette est alors considéré linéaire jusqu'à l'ambiante pendant 30min.

Cela nécessite une définition rigoureuse des conditions limites. Le calcul gère en continu une condition de contact entre le rouleau et le support. Les surfaces doivent être maintenues coïncidentes pour que le calcul converge dans le cas d'un pilotage en effort par exemple.

De manière à s'accommoder de la déflection naturelle du bilame pendant la phase de refroidissement, un jeu de conditions aux limites adapté est mis en place en fonction des étapes de la simulation.

2.1.3. Scénario de simulation

Etape de refroidissement avant flexion

Un appui plan est défini sur les nœuds dans la zone de contact du rouleau (trait bleu sur la Figure V-2). Seul le degré de liberté sur l'axe Y est supprimé dans les deux sens de façon à laisser le support libre de se déplacer suivant l'axe X. Aucun appui supplémentaire n'est considéré au centre de l'empilement ce qui permet à l'assemblage de construire ses contraintes de cuisson librement.



Figure V-2 : Conditions limites de l'étape de refroidissement initial

Etape de mise sous flexion

A l'étape de mise en flexion du support, les conditions d'appui plan imposées aux nœuds sous le rouleau sont supprimées. Le contact entre le rouleau et le support peut alors être activé et transmettre l'effort appliqué au point de référence du rouleau (cf. Figure V-3).

Un appui ponctuel est défini au centre de l'assemblage, au niveau de la symétrie, à la place du rouleau central qui n'est pas modélisé.



Figure V-3 : Conditions limites de l'étape de flexion

L'effort est imposé de 0 à 100 N avec un taux de chargement de 1 N/min dans un premier temps.

2.1.4. Champ de contrainte du joint sous flexion

La distribution de contraintes d'un joint intact au cours de la flexion du support est décrite en Figure V-4 au point de sollicitation maximum correspondant à un effort de 100N (50N au niveau du rouleau). En comparaison de l'essai thermique, le champ de cisaillement est non nul au centre de l'assemblage. La contrainte de pelage est localisée au bord extérieur.

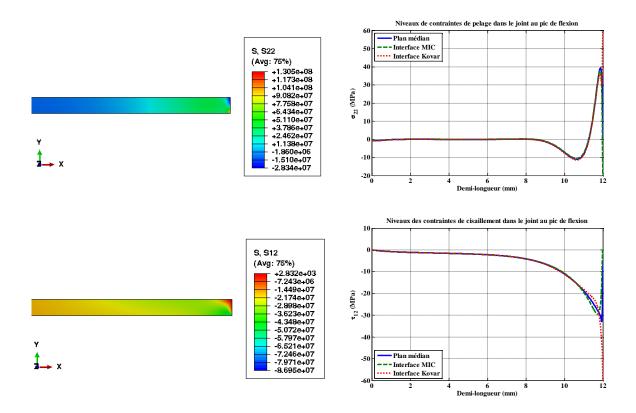


Figure V-4: Niveaux de contraintes dans un joint intact pour un cycle en flexion 3 points

Ces profils de chargement du joint pendant un essai flexion indiquent que la résistance à la propagation des défauts considérés jusqu'ici (fissure ouverte, micro-délaminages), peut être assez différente du cas thermique.

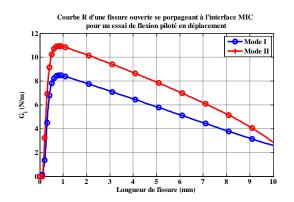
2.2. Validation de l'essai de flexion

2.2.1. Chargement des interfaces de collage et stabilité

L'objectif est de vérifier la pertinence de l'essai de flexion vis-à-vis du chargement et de la stabilité à l'interface.

Fissure ouverte

Les courbes R sont utilisées de la même façon que pour l'essai thermique. On observe à chaque bord droit des concentrations de contraintes d'ordre différent en fonction de la géométrie locale. C'est pourquoi il est supposé qu'une fissure s'est amorcée dès la fabrication sur les bords libres et l'on caractérise la stabilité comme pour l'essai thermique. Les courbes de résistance à la propagation d'une fissure ouverte au bord de la Figure V-5 sont tracées pour un essai de flexion piloté en déplacement de 0.5mm (à gauche) et en effort de 100N (à droite) imposé aux rouleaux (50N par rouleau) après la phase de refroidissement initial.



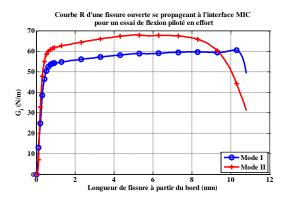


Figure V-5 : Courbes R d'une fissure débouchant sur le bord du joint de colle pour un essai de flexion piloté en déplacement (à gauche) et effort (à droite)

Comme pour l'essai thermique, la propagation de fissure à cette interface sera principalement entretenue par le mode I. Le mode II reste à des niveaux relativement bas pour un taux de restitution d'énergie critique 10 fois supérieur à celui en mode I.

L'essai piloté en déplacement est instable au début puis se stabilise si l'on n'augmente pas le déplacement imposé. Dans le cas de l'essai piloté en effort, le taux de restitution d'énergie en mode l augmente au fur et à mesure de la propagation de fissure sur toute la longueur du collage contrairement à l'essai piloté en déplacement.

Micro-délaminages

Les courbes de résistance à la propagation des micros délaminages distribués aux interfaces décrivent la répartition des contraintes observées précédemment. La zone d'arrachement observée au bord se retrouve sur l'évolution du mode I au voisinage du bord comme visible en Figure V-6.

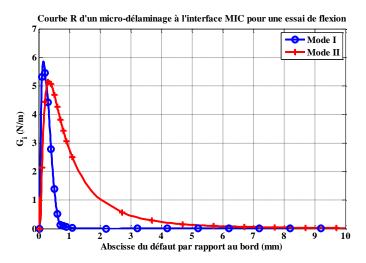


Figure V-6 : Courbes R des délaminages aux interfaces de collage en mode I et II pour un essai de flexion

Le mode II n'est pas divergent mais toujours négligeable en comparaison de la singularité en mode I au bord.

Joint avec manques

Les résultats d'une simulation en flexion à 100N d'un joint avec manques sont présentés en Figure V-7. L'effet sur les champs de contraintes d'un tel défaut est différent de celui décrit pour l'essai thermique.

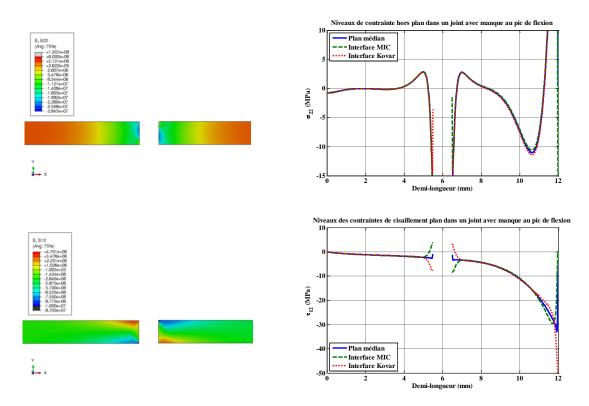
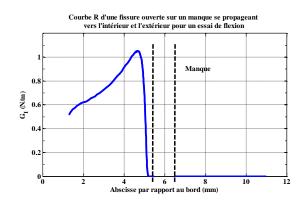


Figure V-7: Niveaux de contraintes dans un joint avec manques pour un cycle en flexion 3 points

Les niveaux atteints aux bornes du manque sont environ 10 fois inférieurs aux valeurs maximales obtenues près du bord extérieur. Il y a donc une hiérarchisation franche des niveaux de contrainte, notamment dans les zones d'arrachement susceptibles d'amorcer la défaillance.

Comme dans l'étude de l'essai thermique, deux cas de défaillance sont traités. Dans un premier temps, la propagation de deux fissures débouchant sur le bord du manque est simulée par incréments successifs de la longueur fissurée à l'interface. Ensuite, un micro-délaminage est créé à différentes abscisses à l'interface autour du manque pour comparer le chargement en mode I. Un effort de 0 à 50N (par symétrie) est appliqué au rouleau pour réaliser l'essai de flexion mixte.



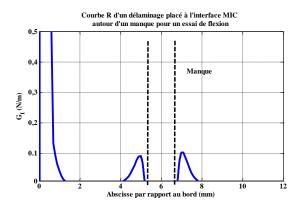


Figure V-8 : Courbes de résistance de deux fissures ouvertes sur un manque en flexion (à gauche) et d'un délaminage (à droite)

Le chargement des défauts pour un essai de flexion 3 points est donc différent d'un essai thermique. Le chargement d'un délaminage en zone courante, même autour d'une porosité, n'est pas significativement élevé en comparaison du bord extrême du joint.

L'essai de flexion sollicite bien en premier lieu le bord libre et son voisinage comme dans le cas de l'essai thermique. Bien que la défaillance soit provoquée par la propagation d'un défaut amorcé au bord au lieu d'un micro-délaminage placé en zone courante à l'interface colle – MIC, c'est le chargement cyclique qui amène dans les deux cas à la défaillance.

3. Campagne de fatigue mécanique

3.1. Essais de fatigue en flexion 3 points

3.1.1. Réalisation des éprouvettes

Le design des éprouvettes de fatigue est proche de celui des collages individuels réalisés pour le plan d'expériences n°2. Une plaque de Kovar dorée par galvanisation de 140x30x1.2mm³ accueille au centre un carré d'alumine polie-rectifiée dorée de 24x24mm² pour 0.635mm d'épaisseur comme présenté en Figure V-9.

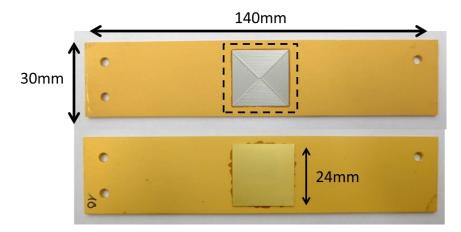


Figure V-9 : Photograpies d'une éprouvette de fatigue

Le motif de dispense visible au centre de la plaque correspond au procédé de collage standard utilisé par l'industriel pour les MIC de grande taille. Le contrôle qualité impose la présence de colle sous au moins 50% de la surface de la MIC. Les éprouvettes de fatigue sont encollées à 80% de la surface totale de la MIC.

La poussée sur la MIC est réalisée à 250lbs d'effort maintenu pendant 10s au contact de la colle avec une descente de l'outil de 0.1mm/s. Les collages sont polymérisés en suivant le même cycle thermique qu'en production à savoir 2h30 à 150°C.

Au total 50 éprouvettes sont prévues pour l'étude de la fatigue du collage MIC sur Kovar. Elles sont divisées en deux plans d'essais différents : fatigue en étuve et fatigue en flexion 3 points.

3.1.2. Contrôle

Les éprouvettes sont contrôlées au Microscope Acoustique à Balayage. La colle n'a pas formé de ménisque visible. Le bord du joint est à environ 1mm du bord de la MIC comme visible sur la Figure V-10.

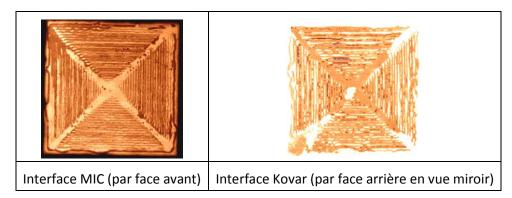


Figure V-10 : Analyse MAB d'une éprouvette de fatigue

Des zones de faible densité sont détectées au MAB. Il peut s'agir de colle non chargée ou de fines couches d'air. La qualité des collages est cependant satisfaisante et reproductible sur l'ensemble des éprouvettes grâce au procédé automatique. Le palpeur laser de la machine de dépose automatique sert de nouveau à mesurer la hauteur des MIC par rapport à leur support après polymérisation. La moyenne d'épaisseur de joint obtenue par le procédé automatique est de 85µm.

3.1.3. Instrumentation

Contrairement à l'essai en étuve, l'essai de flexion 3 points a l'avantage de permettre la mise en place d'une instrumentation de suivi de rupture. Il s'agit d'un dispositif d'émission acoustique utilisé pour détecter le bruit généré par la décohésion de l'interface MIC – colle.

Deux capteurs d'émissions acoustiques sont fixés de part et d'autre du collage sur la face du dessous avec un écartement de 80mm comme schématisé en Figure V-11.

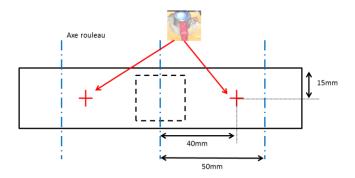


Figure V-11 : Schéma de fixation des capteurs acoustiques

Les ondes acoustiques émises lors du délaminage et détectées par les deux capteurs constituent des évènements. La date et l'amplitude en dB de l'onde sont enregistrées par chaque capteur. Un traitement des données est nécessaire pour déterminer la localisation de la source de l'onde. Les évènements sont ensuite triés en fonction de cette localisation et de l'énergie acoustique déployée par le délaminage. L'accumulation d'évènements au cours du temps peut servir à détecter l'instant d'initiation à la propagation.

En plus de ce dispositif, l'effort et le déplacement de la traverse sont mesurés en continu pour associer les évènements à la chute de raideur de l'éprouvette au moment de la propagation du délaminage.

3.2.Réalisation des essais de flexion

3.2.1. Essais quasi-statiques préliminaires

Cinq essais quasi-statiques sont réalisés avec pour objectif de valider la faisabilité des essais de flexion. Il est nécessaire de vérifier la bonne détection de l'initiation du délaminage à l'aide du dispositif acoustique et de la mesure de la chute de raideur de l'éprouvette. L'éprouvette est montée sur le dispositif de flexion 3 points visible en Figure V-12.

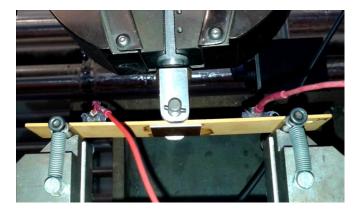


Figure V-12: Montage des éprouvettes pour l'essai de flexion mixte

Un déplacement constant de 0.5mm/min est imposé au rouleau central pour chaque essai. Le dispositif d'émissions acoustiques enregistre en continu les évènements d'énergie mesurable visible en Figure V-13.

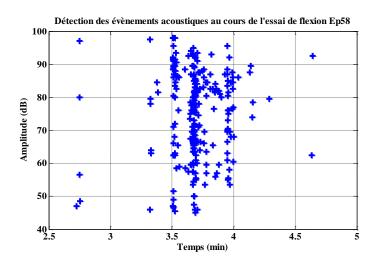


Figure V-13 : Enregistrement des évènements acoustiques au cours du temps

Un traitement de cet enregistrement est nécessaire en fonction de l'énergie et de la localisation des événements pour ne pas tenir compte des bruits liés au frottement des rouleaux sur l'éprouvette pendant l'essai. Après filtrage, l'accumulation des événements au cours du temps peut être affichée aux cotés de l'évolution de la raideur de l'éprouvette en Figure V-14.

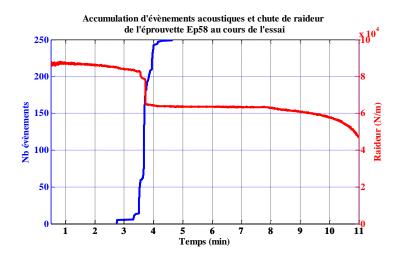


Figure V-14 : L'accumulation exponentielle des évènements acoustiques a lieu en même temps que la chute de raideur de l'éprouvette

La faisabilité de l'essai est vérifiée. Pour les 5 essais réalisés, la chute de raideur observée correspond au bruit enregistré par le dispositif d'émissions acoustiques. Un contrôle des MAB montre un taux de surface délaminée plus important après essai, preuve de la détection de la défaillance à l'interface MIC comme visible en Figure V-15.

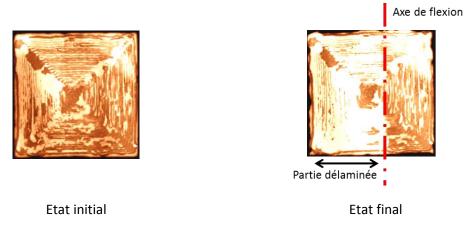


Figure V-15 : Contrôle du facies de rupture au MAB

Les niveaux de charge à initiation du délaminage ainsi que la perte de raideur mesurée sont relativement dispersés sur les courbes effort-déplacement (cf. figure). Le procédé automatique insère de nombreux défauts qui ne doivent pas être étrangers à la dispersion observée.

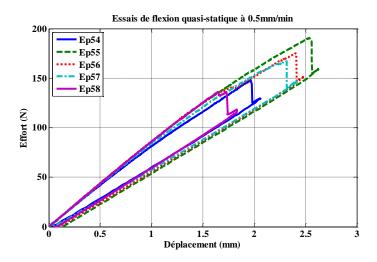


Figure V-16 : Courbes effort-déplacement des essais quasi-statiques de flexion

3.2.2. Protocole

Les essais statiques préliminaires montrent une tenue des éprouvettes jusqu'à 120N minimum. Le pilotage en effort est retenu pour cette campagne de fatigue dû au comportement instable en mode I d'une fissure amorcée au bord, cas critique par rapport aux micro-délaminages. Le plan d'essais est défini à partir de ces résultats sur 7 niveaux de fatigue listés dans le Tableau V-1.

Niveau	1	2	3	4	5	6
Min	10N	10N	10N	10N	10N	10N
Max	110N	100N	90N	80N	70N	60N
Nb Ep	3	3	3	3	3	3

Tableau V-1 : Définition des niveaux de fatigue

L'effort minimum est conservé égal à 10N pour ne pas perdre le contact entre les rouleaux et le support au cours des cycles de flexion. La machine d'essai électromécanique ne permet pas d'appliquer une fréquence élevée. La fréquence des cycles est fixée à 0.5Hz pour le bon respect de la consigne. De plus, une fréquence plus élevée éloigne l'essai de substitution des conditions de sollicitation lente en étuve.

Les essais sont tous réalisés à température ambiante.

3.3.Analyse

3.3.1. Résultats

Les consignes sont globalement bien respectées excepté quelques dépassements à certains moments de l'essai signe d'un pilotage dans les limites du PID de la machine. La Figure V-17 montre la chute de raideur d'une des éprouvettes chargée au niveau de fatigue n°2.

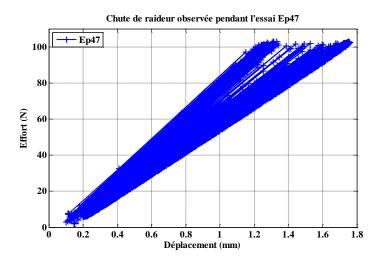


Figure V-17 : Chute de raideur d'une éprouvette au niveau 2 de fatigue

La raideur de l'éprouvette chute progressivement sur une vingtaine de cycles. Ce n'est d'ailleurs pas facilement détectable pour toutes les éprouvettes et le suivi acoustique s'avère indispensable pour détecter l'instant d'initiation de la défaillance.

Le nombre d'événements détectés peut varier en fonction de la qualité de la liaison silicone entre le capteur d'émissions acoustiques et le support Kovar. Dans tous les cas, un traitement des événements par date et par localisation est nécessaire pour obtenir l'accumulation des évènements les plus énergétiques lors du délaminage du collage, comme pour l'essai quasi-statique.

La Figure V-18 montre un exemple de filtrage nécessaire pour l'essai cité plus haut. Les évènements acoustiques pris en compte pour la détection de l'initiation de la défaillance sont les plus énergétiques situés au centre de l'éprouvette (en rouge sur la Figure V-18).

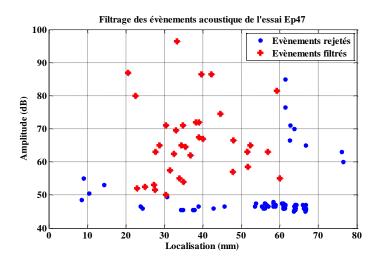


Figure V-18 : Traitement des données acoustiques de l'essai

Comme pour les essais quasi-statiques, l'accumulation exponentielle des évènements acoustiques d'amplitude élevée doit correspondre à la chute de raideur mesurée lors de l'essai. La Figure V-19 montre que les deux moyens de suivi affichent une initiation après 15 min de cyclage soit environ 500 cycles.

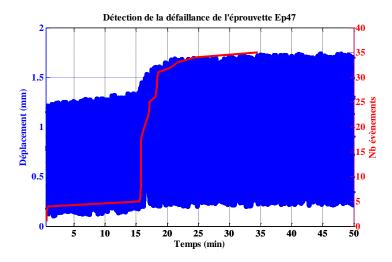


Figure V-19: Détection de l'initiation du délaminage à 500 cycles (15min d'essai)

Le traitement de l'ensemble des essais permet de tracer une courbe logarithmique de la durée de vie des éprouvettes en fonction de leur chargement maximum. Elle est représentée en Figure V-20.

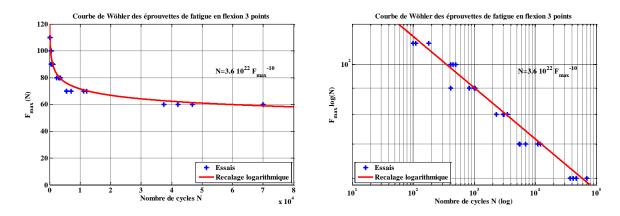


Figure V-20: Courbes de Wöhler

La dispersion est plus importante pour les faibles niveaux de fatigue proche du domaine polycyclique.

3.3.2. Modes de rupture

Les éprouvettes de fatigue sont contrôlées au MAB. L'évolution des contrastes entre le rendu initial et le rendu après fatigue permet de juger de l'ampleur et de la localisation du délaminage. La plupart des éprouvettes présentent une interface colle – MIC très endommagée comme visible en Figure V-21. Le point de départ du délaminage ne peut pas être déterminé avec certitude.





Figure V-21 : Délaminage visible au MAB à l'interface de la MIC de l'éprouvette 31 avant et après essai

Le faciès de rupture ne présente pas un délaminage total de la MIC. Les bords de part et d'autre de l'axe de flexion apparaissent collés. En faisant l'hypothèse que le départ de la fissure se trouve aux coins, il est probable que la propagation de fissure ait changé de plan de collage.

Un contrôle MAB par la face du dessous montre une zone de délaminage significative à l'interface de collage côté Kovar. L'évolution du chargement aux interfaces lors de la rupture pourrait impliquer un changement de plan. La Figure V-22 montre un assemblage avec les deux plans de collage endommagés de l'éprouvette 56.







Après Fatigue côté MIC



Après Fatigue côté Kovar

Figure V-22 : Assemblage aux deux plans de collage endommagés de l'éprouvette 56

En faisant l'hypothèse que toutes les zones claires et visibles au MAB après fatigue correspondent à des zones délaminées, il apparaît qu'elles sont complémentaires dans le plan de collage. Cela veut dire que la propagation n'est pas exclusive à l'interface MIC, du moins pour l'essai de flexion 3 points.

4. Essais de vieillissement thermique

Des essais en étuve sont nécessaires pour situer la fatigue en étuve par rapport à la fatigue en flexion 3 points et permettre de proposer une équivalence. Les mêmes éprouvettes réalisées avec le même procédé de fabrication automatique sont utilisées pour cette campagne de fatigue thermique.

4.1.Protocole d'essais

L'approche retenue consiste à détecter le nombre de cycles thermiques nécessaires à l'apparition de la défaillance (du moins jusqu'à ce qu'elle soit détectable) pour deux niveaux de fatigue différents seulement. Un plan d'essai plus lourd n'aurait pas été réalisable dans le temps imparti.

Le protocole d'essais en étuve comprend 25 éprouvettes divisées en deux groupes de fatigue à 2 cycles thermiques différents :

- Cycle de qualification [-55 C; +125°C] et 10min de palier.
- Cycle intermédiaire [-30°C; +70°C] et 5min de palier.

Un prélèvement régulier des éprouvettes est mis en place. Le Tableau V-2 liste les différents prélèvements opérés en fonction des cycles thermiques pour les deux groupes d'éprouvettes.

Tableau V-2 : Programme de prélèvement des éprouvettes en étuve

Cycle de qualification		Cycle intermédiaire		
Nombre de cycles	Eprouvettes prélevées	Nombre de cycles	Eprouvettes prélevées	
50	1	50	1	
100	2	100	2	
200	2	200	2	
300	2	500	2	
500	2	1000	2	
750	2	2000	2	
1000	2	3000	2	

Les deux groupes d'éprouvettes sont placées dans deux étuves différentes.

4.2.Résultats

Les éprouvettes ont bien été prélevées comme prévu. L'analyse des MAB avant et après vieillissement permet d'émettre des hypothèses sur le nombre de cycles à initiation du dommage visibles aux interfaces des MIC. Le côté Kovar n'est pas touché par le départ de la défaillance comme dans tous les cas de fatigue thermique vus jusqu'ici.

Cycle de qualification

Deux exemples d'assemblages collés soumis au cycle thermique de qualification habituel [-55°C; +125°C] présentant une défaillance au MAB sont présentés en Figure V-23.

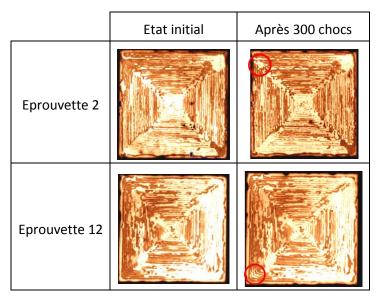


Figure V-23 : Défaillance détectée au MAB sur les éprouvettes 2 et 12

Le seuil d'apparition de la défaillance se situe à environ 300 chocs thermiques. Au-delà, toutes les éprouvettes présentent une zone de décohésion, le plus souvent aux coins, lors du contrôle au MAB.

Cycle intermédiaire

Les éprouvettes prélevées lors des essais thermiques réalisés en suivant le cycle intermédiaire [-30°C; +70°C], ne présentent pas d'évolution de leur profil acoustique au MAB. A aucun moment au cours des 3000 chocs programmés, le vieillissement en étuve dans ces conditions ne semble avoir initié de propagation de défauts aux interfaces de collages.

La mesure de tenue résiduelle après vieillissement pour chaque lot prélevé constitue le dernier moyen de connaître leur état de fatigue. Malheureusement, il n'a pas été possible de réaliser ces essais supplémentaires dans le temps imparti.

5. Comparaison des comportements en fatigue

5.1.Courbe G-N de l'essai mécanique

L'utilisation des courbes de Wöhler précédentes se limite à une même géométrie. Il est nécessaire de revenir à une grandeur plus intrinsèque au bi-matériau. Dans les deux cas de fatigue, essai de flexion et essai en étuve, le critère de rejet d'une éprouvette est le début de la propagation d'une fissure amorcée. Le caractère instable du défaut mène à une chute rapide des performances de l'assemblage dans les deux cas bien qu'une zone de stabilité existe ensuite pour l'essai thermique.

La fatigue de l'assemblage n'est donc pas caractérisée sur toute sa durée de vie jusqu'à rupture mais porte seulement sur l'initiation de la baisse de ses performances : chute de raideur pour l'essai de flexion, apparition du décollement pour l'essai en étuve.

La fatigue de l'assemblage repose ainsi sur un endommagement du matériau à ses interfaces de collage. La chute progressive du G_Ic de la colle autour des défauts initialement présents réduit la

durée de vie de l'assemblage par la propagation d'une fissure au-delà d'un certain nombre de cycles N_f . Une fois la propagation détectée, l'éprouvette est considérée ruinée.

La durée de vie des assemblages peut alors être caractérisée en fonction de l'amplitude de ΔG_I à l'interface de collage. Le point de départ de la défaillance à l'interface de collage dépend de l'état initial du joint (taux de manques, géométrie...). Pour l'essai de flexion, le point de départ le plus probable de la défaillance est le front de fissure amorcée dès l'instant initial à cause d'une concentration de contrainte au bord. Pour chaque niveau de fatigue en flexion listés dans le Tableau V-1, une amplitude du taux de restitution d'énergie en mode I est calculée à l'aide du modèle 2D en flexion. Les dimensions des éprouvettes de fatigue utilisées dans le modèle sont listées dans le Tableau V-3.

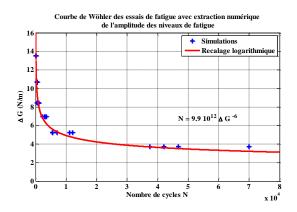
Tableau V-3 : Géométrie du modèle de flexion pour l'essai de fatigue

Longueur MIC	24mm
Longueur Support	140mm
Front de colle par rapport à la MIC	1mm
Distance des rouleaux	1mm
Epaisseur Joint	85µm
Epaisseur MIC	0.635mm
Epaisseur Support	1.2mm

Le calcul de l'amplitude de G_I en pointe de fissure amorcée au bord prend en compte une longueur de fissure initiale de 0.5mm. Dans le cas d'un pilotage en effort, c'est la longueur de propagation de la fissure qui est atteinte très rapidement à cause d'une forte instabilité due à la singularité de bord. Au-delà de cette longueur de fissure, le taux d'énergie de restitution en mode I continue d'augmenter légèrement avec la propagation de la fissure à l'interface colle — MIC.

L'analyse inclus les effets visqueux du matériau dont le comportement respecte le modèle Two-Layers identifié au chapitre II. Une descente en température de 150°C à 25°C est appliquée à l'échantillon avant la simulation de l'essai de flexion.

Une courbe de Wöhler modifiée est tracée à l'aide des amplitudes de ΔG extraites des simulations (cf. Figure V-24).



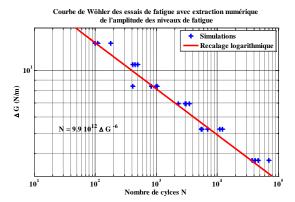


Figure V-24 : Courbe de Wöhler G-N à partir de essais et des simulations

La tendance logarithmique recalée sur la courbe de Wöhler des essais de flexion aux niveaux de fatigue simulés, mène à la loi de fatigue suivante :

$$N_f = 9.9 \, 10^{12} \, \Delta G^{-6} \tag{V-1}$$

Pour le moment, cette relation n'est valable que pour le calcul de durée de vie d'assemblages collés soumis à une sollicitation de flexion en mode mixte cyclique à 20°C. Cependant, la comparaison du comportement en fatigue des assemblages collés soumis aux essais mécaniques ou thermiques peut être riche d'information.

5.2. Comparaison des comportements en fatigue

Etablir une équivalence, si elle existe, entre l'essai de fatigue purement mécanique de flexion 3 points et l'essai thermique en étuve demanderait beaucoup d'essais comparatifs, notamment à différentes températures, qui n'ont pas pu être réalisés dans le temps imparti.

A défaut d'une étude plus approfondie, une comparaison entre les deux comportements en fatigue permet de situer l'essai de flexion par rapport au vieillissement thermique et de donner un ordre de grandeur du nombre de cycles d'apparition de la défaillance des technologies collées sous chargement nominal d'une mission en orbite.

La première hypothèse est de considérer un comportement en fatigue thermique de la forme de la loi de fatigue mécanique, c'est-à-dire logarithmique telle que :

$$N_f = a_{th} \Delta G^{b_{th}} \tag{V-2}$$

Il est d'abord supposé que la loi de fatigue thermique est parallèle à la loi de fatigue mécanique dans le plan logarithmique tel que $b_{th}=b_{fl}$. Cela signifie que l'évolution de la durée de vie d'un échantillon en fonction du taux de restitution d'énergie suit une loi logarithmique translatée pour un cycle thermique donné.

Deux cas différents sont étudiés suivant la nature de l'écart supposé entre les comportements en fatigue mécanique et thermique. Premièrement, on suppose que l'écart reste constant entre le comportement en fatigue thermique et le comportement en fatigue mécanique. Cela implique seulement l'utilisation d'un facteur d'échelle α présenté en Figure V-25.

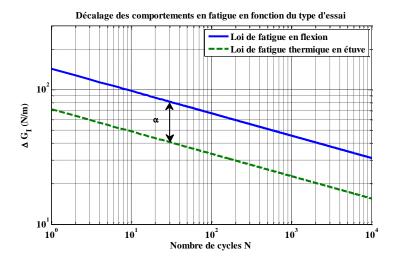


Figure V-25: Facteur d'échelle constant entre la courbe de fatigue en flexion et celle d'un essai en étuve

Dans ce cas précis, une brève tentative pour recaler le facteur α montre que ces hypothèses sont insuffisantes car l'équivalence n'est pas vérifiée. La variation du ΔG_I entre le cycle de qualification thermique et le cycle intermédiaire est trop faible. Même avec l'application du facteur d'échelle, la loi de fatigue en flexion prédit l'initiation de la défaillance relativement tôt (environ 400 cycles) pour une amplitude ΔG_I correspondant au cycle intermédiaire thermique pour lequel aucun décollement n'a été observé au MAB jusqu'à 3000 cycles.

L'écart entre les droites de fatigue dans le plan logarithmique est maintenant supposé dépendant de T_{min} , température minimale du cycle, celle pour laquelle la valeur de ΔG_I est toujours maximale. Cet écart peut être lié, par exemple, à G_{Ic} , grandeur intrinsèque de l'interface bi-matériau :

$$\begin{split} N_f^{-30C} &= a \, \left(\frac{\Delta G}{G_{Ic}^{-30C}} \right)^b \\ N_f^{-55C} &= a \, \left(\frac{\Delta G}{G_{Ic}^{-55C}} \right)^b \\ N_f^{20C} &= a \, \left(\frac{\Delta G}{G_{Ic}^{20C}} \right)^b \end{split} \tag{V-3}$$

Cela nécessite l'identification de plusieurs facteurs d'échelle tels que :

$$\alpha^{-30C} = \left(\frac{G_{Ic}^{20C}}{G_{Ic}^{-30C}}\right)^{b}$$

$$\alpha^{-55C} = \left(\frac{G_{Ic}^{20C}}{G_{Ic}^{-55C}}\right)^{b}$$
(V-4)

Les coefficients sont représentés en Figure V-26.

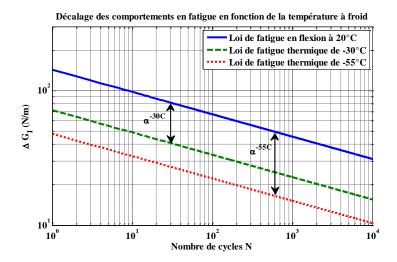


Figure V-26 : L'écart du comportement en fatigue en étuve avec celui en flexion à 20°C dépend de la température du palier froid

Les facteurs d'échelle sont donc calculés à partir du G_{Ic}^{20C} qui est la seule donnée matériau qui peut être approchée à partir de la campagne DCB menée sur des éprouvettes de Kovar dorées collées. Sa valeur atteint 80 N/m. Il n'y a pas de données supplémentaires disponibles aux autres températures. Une hypothèse supplémentaire est alors nécessaire. Il est supposé que l'évolution de cette propriété matériau est fonction de la température suivant la même forme de la loi d'évolution recalée au chapitre matériau lors de l'identification des coefficients du modèle Two-Layers : une loi décrivant deux états du matériau avec une transition de la forme arc tangente autour de la température de transition vitreuse.

Si le taux de restitution d'énergie critique est supposé proche de zéro à basse température et sa demi-amplitude atteinte à la Tg de 70°C alors il ne reste qu'à identifier que 2 coefficients γ et δ tels que :

$$G_{Ic}(T) = \gamma \tanh(\delta(T - 70)) + \gamma \tag{V-5}$$

Le point à 20°C est pris à 80 N/m comme dit précédemment. La seconde relation disponible provient de l'essai de vieillissement en étuve suivant le cycle de qualification. L'initiation de la défaillance est évaluée à 300 cycles. A partir de ce résultat et de la loi de fatigue obtenu des essais de flexion à 20°C, il est possible d'estimer le G_{Ic}^{-55C} et ensuite γ et δ .

$$N_{f}(300) = a \left(\frac{\Delta G^{th}}{G_{Ic}^{-55C}}\right)^{b} = a \left(\frac{\Delta G^{fl}}{G_{Ic}^{20C}}\right)^{b}$$

$$G_{Ic}^{-55C} = \frac{\Delta G^{th}}{\Delta G^{fl}} G_{Ic}^{20C}$$
(V-6)

Dans le cadre des hypothèses données au départ, la valeur du taux de restitution d'énergie critique à -55°C est estimée à 0.32N/m. Bien que cette approximation soit très faible, elle va dans le sens d'une plus grande fragilité à froid.

Cela permet de proposer la loi d'évolution suivante :

$$G_{Ic}(T) = 1653 (1 + \tanh(0.04(T - 70)))$$
 (V-7)

Le comportement décrit par cette loi à haute température n'est pas réaliste et ne peut pas s'appliquer à ce matériau viscoélastique au-dessus de la Tg. A partir de la partie de loi à basse température il est possible d'estimer le taux de restitution d'énergie critique à -30°C soit $G_{Ic}^{-30C}=2\,N/m$. Il suffit alors d'appliquer le coefficient d'échelle de la façon suivante :

$$N_f(-30C) = a \left(\frac{\Delta G^{th} G_{Ic}^{20C}}{G_{Ic}^{-30C}}\right)^b = 20 \, 10^6$$
 (V-8)

Le nombre de cycles nécessaires pour initier un délaminage pour un vieillissement thermique entre [-30°C; 70°C] et 5 min de palier est estimé à 20 millions de cycles. A l'inverse du premier cas comparatif, le nombre de cycles à initiation est bien supérieur à 3000 cycles pour lesquels les éprouvettes ne présentaient toujours pas de délaminages au MAB.

Un satellite de télécommunication de type Skybridge lancé sur orbite basse possède une période de rotation autour de la Terre de 120min. Par simplification, le profil de mission ne comprend que des expositions solaires et des éclipses à répétition soit des paliers de 60min. Cela représente 158000 cycles environ pour 18 années de service. Grâce au contrôle de température à bord, le cycle imposé est entre [20°C; 40°C]. La température maximale est atteinte en fin de palier pour reprendre le calcul de profil thermique utilisé jusqu'ici bien que l'évolution réelle de la température peut dépendre des systèmes de contrôle de bord.

La variation du taux de restitution d'énergie en mode I extrait sur un micro-délaminage en zone de pelage atteint 0.13 N/m pour un cycle en mission. C'est presque moitié moins que le cycle de qualification en étuve. De plus, le palier chaud n'est qu'à 40°C ce qui signifie qu'il n'y a pas un déchargement complet de l'assemblage. En d'autres termes, le chargement en mode I de la pointe de fissure d'un micro-délaminage supposé être l'amorce de la défaillance, n'est jamais refermée. Le rapport de charge $R = \frac{G_{min}}{G_{max}}$ n'est plus nul dans ce cas et le ΔG n'atteint que 0.003 N/m.

Sans tenir compte du rapport de charge, il est possible d'estimer le nombre de cycles à initiation pour un cycle en orbite en prenant le taux de restitution d'énergie critique à 20°C. Il correspond à celui évalué à 80 N/m au cours du chapitre 3. Pas besoin de coefficient d'échelle, seule la loi logarithmique est utilisée. Finalement le nombre de cycles prédit dans le cas de la mission en orbite atteint 10^{28} cycles. Une estimation à prendre avec précaution au regard du panel d'hypothèses formulées.

6. Bilan

La caractérisation en fatigue de reports collés nécessite un moyen fiable de détection de la défaillance. L'échelle des échantillons et l'impossibilité de contrôler les zones d'endommagement du joint de colle une fois le système placé dans l'étuve, rend la fatigue thermique à grande échelle inenvisageable. Le contrôle régulier au MAB allonge significativement le temps de réalisation de la campagne déjà très long à cause de la basse fréquence de cyclage des étuves. C'est pourquoi le recours à un essai mécanique est proposé.

Un essai de flexion 3 points du support en mode mixte est mis en place pour aider à la caractérisation en fatigue du cas d'étude MIC sur Kovar. La réalisation de la campagne de fatigue à l'aide de l'essai de flexion 3 points permet de tracer une courbe de Wöhler grâce à une dispersion modérée des résultats.

La comparaison du comportement en fatigue des assemblages en fonction des 2 essais nécessite l'évaluation du chargement critique à l'interface de la MIC aux frontières des défauts pour chaque niveau de fatigue par simulation. Les taux de restitution d'énergie calculés sur une fissure ouverte sur le bord de l'assemblage, sont comparés à ceux issus des essais thermiques pour deux cycles différents prélevés sur un micro-délaminage.

A priori, le comportement en fatigue thermique n'est pas qu'une simple translation de celui obtenu en flexion 3 points comme espéré initialement. Les différents cas de comparaison étudiés montrent qu'à partir du moment où le comportement en fatigue des assemblages collés est pris de la forme de la loi de fatigue de l'essai mécanique, alors l'assemblage en orbite a une durée de vie très longue et l'essai de qualification est par conséquent conservatif.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

L'objectif de cette étude est la caractérisation des mécanismes de fatigue d'assemblages collés à base de composants RF soumis aux sollicitations thermiques imposées au sol et en orbite.

La première étape a porté sur l'identification du comportement de la colle conductrice : matrice époxy chargée de particules d'argent. Cela a fait appel à une série d'essais réalisés sur des éprouvettes de colle seule. Des essais de fluage et recouvrance préliminaires ont permis d'identifier les non linéarités à prendre en compte dans la réponse de l'adhésif au sein de l'assemblage. Par exemple, une déformation résiduelle non recouvrée semblait dépendre des niveaux de contraintes et des temps de fluage. L'identification d'un modèle de matériau Two-Layers déjà disponible dans le logiciel ABAQUS a permis de prendre en compte l'ensemble des phénomènes à condition d'être capable d'identifier les coefficients matériaux. Pour cela, il a fallu activer ces phénomènes non linéaires (fluage, écoulement plastique, écrouissage) sur un même essai pour se soustraire de la dispersion des éprouvettes de colle.

Dans ce but, des essais spécifiques de type charge-décharge alternés avec des paliers de relaxation ont permis l'identification des 9 coefficients en fonction de la température. Ces essais se sont avérés difficiles à traiter par la suite bien que les phénomènes observés soient bien reproduits dans l'ensemble. Seul le durcissement cyclique plastique détecté à haute température au cours d'essais cyclés avec un rapport de charge en contrainte R=0 n'était pas fidèlement simulé.

Les perspectives d'amélioration de l'identification de ce matériau ou d'un autre adhésif pourraient porter sur le changement de modèle matériau et des moyens de caractérisation. En effet, le modèle Two-Layers est basé sur deux branches visqueuses et plastiques connectées en parallèle (comportement en iso-déformation). Avec du recul, la séparation des temps de retard élastiques et plastiques aurait permis une meilleure simulation des phénomènes ciblés. Bien que le codage d'une loi utilisateur puisse être laborieux, l'identification des coefficients devrait être cependant plus rapide.

La tenue des interfaces a aussi été abordée. Une campagne d'essais DCB et ENF a été réalisée sur des assemblages symétriques en aluminium et en Kovar. L'influence du revêtement doré était aussi à l'étude dans cette partie. Les travaux ont permis de mettre en évidence la nature adhésive de la rupture de l'assemblage. L'énergie nécessaire pour fissurer le joint de colle à cœur s'avère être bien supérieure à celle des interfaces de collage. C'est cohérent avec les observations expérimentales par rapport aux faciès de rupture rencontrés lors des essais de cyclage thermique effectués. L'évaluation des taux de restitution d'énergie en mode I et II n'a, en revanche, pas été possible sur des assemblages d'alumine à cause de la fragilité de ce matériau.

Dans le but de contourner cet obstacle, le test d'une éprouvette DCB « sandwich » comprenant deux MIC peut s'avérer intéressant. Le défi est le maintien des MIC sur les barreaux DCB sans que la propagation de la fissure ne prenne place à cet endroit. Ensuite, pour améliorer les essais ENF, dont les résultats sont dispersés, il faudrait développer une technique permettant d'injecter une épaisseur de colle plus réduite.

La faiblesse de l'interface polie-rectifiée dorée a bien été démontrée lors des premiers essais pour la caractérisation de l'assemblage MIC sur Kovar. Le premier plan d'expériences était destiné à

observer l'apparition de la défaillance et l'effet des conditions de report sur sa vitesse de propagation. Les collages ont tous particulièrement bien tenu. Seul le véhicule test avec les préparations de surfaces (polie-rectification et revêtement d'or) utilisées en production, a présenté un signe de décollement au MAB. L'endommagement est diffus et très lent par rapport à ce qui était attendu. Les zones les plus touchées se situent en périphérie du joint et autour des manques. Ces résultats ont suscité quelques interrogations, notamment au sujet des écarts par rapport au procédé standard de collage, concernant le motif de dispense et la pression de dépose.

De façon à pouvoir interpréter ces observations expérimentales, deux modèles numériques ont été définis pour la simulation d'un cycle thermique. Le modèle 3D a servi au recalage des phénomènes de transfert thermique en étuve. D'après les premiers résultats, l'ensemble de l'assemblage varie de manière uniforme en température. Il n'y a pas de résistance d'interface significative qui nécessiterait un calcul thermique. Un autre modèle, en 2D celui-ci, fait alors intervenir un calcul purement mécanique et un raffinement aux interfaces pour tenter d'expliquer les observations du premier plan d'expériences.

Deux types de défauts, associés à la nature du procédé de fabrication et du matériau, sont modélisés en 2D à l'interface la plus fragile (colle – MIC): une fissure débouchant sur les bords libres et une distribution de micro-délaminages créés par les particules d'argent de la colle. Des courbes de résistance à la propagation ont montré que le chargement présent dans le joint lors d'un cycle thermique forme une zone d'arrachement dans laquelle le défaut aurait une propagation instable. Dans le cas de la fissure, une zone de compression limite fortement sa propagation initiale contrairement à un micro-délaminage bien placé.

Le scénario proposé commence par la coalescence de ces micro-délaminages formant des zones de décollement visibles aux MAB comme dans le cas du plan d'expériences n°1. La ruine du système intervient après la propagation de la fissure qui ralentit à mesure qu'elle progresse. Le critère de rejet habituellement imposé repose sur la fissuration des ménisques. D'après le scénario proposé, un assemblage vieilli correspondrait alors au moment où il y a coalescence des délaminages et donc apparition de la fissure ouverte, et avant la propagation de cette fissure jusqu'à la ruine du système.

L'initiation du décollement a été caractérisée en fonction des conditions de collage via une étude paramétrique numérique. Ces facteurs ont été testés par simulation pour déterminer des modèles de comportement simplifiés (appelés méta-modèles) permettant de converger vers un design d'éprouvette de fatigue bien dimensionné. Les facteurs les plus influents sur le chargement des micros-délaminages sont identifiés grâce à une analyse de sensibilité.

D'après les résultats, l'épaisseur du joint et les manques sont des facteurs déterminants dans le chargement et l'initiation de la défaillance. Ils ont été testés dans le lancement du second plan d'expériences. Ce plan a permis de confirmer les tendances numériques.

Les perspectives d'amélioration sur l'identification des mécanismes de fatigue concernent principalement la façon de traiter le procédé de fabrication automatique. Il est clair que le procédé de collage est la clé de la durée de vie de ces technologies (avant la fatigue matériau par exemple). Bien identifier les défauts visibles au MAB, les quantifier et réussir à prendre en compte leur distribution dans un modèle peut s'avérer payant. Les outils de la mécanique de la rupture ne permettent malheureusement pas une généralisation convenable même à l'aide de méta-modèles. Une approche macroscopique avec, par exemple, une variable d'endommagement ou de surface efficace permettrait de contourner ces difficultés.

Le déroulement des essais thermiques pour les deux plans d'expériences et les multiples prélèvements et contrôles au MAB ont prouvé qu'il serait difficile de réaliser une campagne de fatigue complète en étuve. C'est pourquoi un essai de fatigue purement mécanique a été proposé. Des simulations sur le modèle 2D dans ABAQUS ont montré que l'essai de flexion 3 points permet de solliciter la périphérie du collage en mode I comme dans l'essai thermique. Mais ledéfaut et la zone d'initiation sont différents.

Une campagne de fatigue a alors été réalisée en 2 parties. Au total, 25 éprouvettes testées en flexion à température ambiante ont permis d'établir une courbe de Wöhler sur 6 niveaux de fatigue. En parallèle 25 éprouvettes ont été vieillies en étuve suivant deux cycles thermiques différents. Le but était de proposer une équivalence entre la fatigue en étuve et la fatigue mécanique à partir du calcul des taux de restitution d'énergie en mode I d'un micro-délaminage en zone critique, point de départ de la défaillance. Malheureusement l'équivalence n'est pas vérifiée à partir des seuls résultats obtenus.

Tout d'abord, un réel moyen de suivi de l'endommagement in-situ est nécessaire. Sans cet outil, la caractérisation de la durée de vie des collages en étuve est compromise. Des essais mécaniques peuvent constituer une alternative intéressante : essai de fatigue équivalente ou bien essai de tenue résiduelle. Cependant, l'essai de flexion du support est à investiguer davantage notamment pour différentes isothermes. De plus, il est nécessaire d'achever la caractérisation matériau, notamment évaluer les taux de restitution d'énergie critique en température ainsi que les seuils sans quoi, il ne serait pas possible de ramener la fatigue à un taux de restitution d'énergie plutôt qu'à un design d'éprouvette.

La conclusion finale de ce rapport porte sur l'écart important entre l'essai de qualification thermique réalisé au sol et les conditions de mission en orbite des composants RF. Bien que ces deux situations amènent l'adhésif dans des domaines de comportement très différents, c'est le palier froid qui est supposé produire le décollement de la MIC. La viscoélasticité et l'écrouissage de l'adhésif n'ont pas d'influence directe sur ce résultat tant que la fréquence de sollicitation permet une relaxation des contraintes. C'est bien l'amplitude du retrait thermique de la colle combinée à sa fragilité et sa faible tenue à froid qui endommage l'assemblage. Cela rend, par conséquent, l'essai de qualification au sol relativement sévère en comparaison du domaine du cyclage thermique en orbite dont la température ne passera jamais en-dessous de 20°C.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Requirements for the Process Capability Approval for Manufacturing Lines of Hermetic Hybrid Microcircuits ESCC Basic Specification No. 2566000.
- [2] Test Method Standard Microcircuits MIL-STD-883.
- [3] P. Cognard. Handbook of Adhesives And Sealants: Basic Concepts and High Tech Bonding, volume 1. Elsevier, 2005.
- [4] J. Cognard. Science et Technologie du collage. PPUR Presses Polytechniques, 2000.
- [5] R. J. Young and P. A Lovell. *Introduction to Polymers*, volume 2. Chapman & Hall London, 1991.
- [6] A. Baldan. Adhesively-bonded joints and repairs in metallic alloys, polymers and composite materials: Adhesives, adhesion theories and surface pretreatment. *Journal of Materials Science*, 39(1):1–49, 2004.
- [7] M. Barquins and K. Fadel. Adhésion et collage. *Découverte*, 271:31–46, 1999.
- [8] A. J. Kinloch. Adhesion and Adhesives: Science and Technology. Springer, 1987.
- [9] J.W. McBain and D.G. Hopkins. On adhesives and adhesive action. *The Journal of Physical Chemistry*, 29(2):188–204, 1925.
- [10] B.V. Deryagin and N.A. Krotova. Adhesion. Izd. Akad. Nauk SSSR, Moscow, 1949.
- [11] S. M. Skinner, R. L. Savage, and John E. Rutzler Jr. Electrical phenomena in adhesion. i. electron atmospheres in dielectrics. *Journal of Applied Physics*, 24(4):438–450, 1953.
- [12] S. S. Voiutskii. Autohesion and adhesion of high polymers. 1963.
- [13] L. H. Sharpe and H. Schonhorn. Surface energetics, adhesion, and adhesive joints. *Contact Angle, Wettability, And Adhesion*, pages 189–201, 1964.
- [14] J. D. Ferry. Viscoelastic Properties Of Polymers. John Wiley & Sons Inc, 1980.
- [15] M. A. Bruneaux. *Durabilité des assemblages collés: modélisation mécanique et physico-chimique*. PhD thesis, 2004.
- [16] J. Crank et al. *The mathematics of diffusion*, volume 2. Clarendon Press Oxford, 1975.
- [17] C. Popineau, S.and Rondeau-Mouro, C. Sulpice-Gaillet, and M. Shanahan. Free/bound water absorption in an epoxy adhesive. *Polymer*, 46(24):10733–10740, 2005.
- [18] T. Peret, A. Clement, S. Freour, and F. Jacquemin. Numerical transient hygro-elastic analyses of reinforced fickian and non-fickian polymers. *Composite Structures*, 116:395–403, 2014.
- [19] H. G. Carter and K. G. Kibler. Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins. *Journal of Composite Materials*, 12(2):118–131, 1978.
- [20] J. Jedidi, F. Jacquemin, and A. Vautrin. Accelerated hygrothermal cyclical tests for carbon/epoxy laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(4):636–645, 2006.

- [21] H. T. Hahn. Residual stresses in polymer matrix composite laminates. *Journal of Composite Materials*, 10(4):266–278, 1976.
- [22] Y. A. Msallem, F. Jacquemin, N. Boyard, A. Poitou, D. Delaunay, and S. Chatel. Material characterization and residual stresses simulation during the manufacturing process of epoxy matrix composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(1):108–115, 2010.
- [23] J. Lemaitre, J. L. Chaboche, and P. Germain. *Mécanique Des Matériaux Solides*. Dunod Paris, 1988.
- [24] S. Cuvilliez. Passage d'un modèle d'endommagement continu régularisé à un modèle de fissuration cohésive dans le cadre de la rupture quasi-fragile. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2012.
- [25] A. Palmgren. Die lebensdauer von kugellagern. *Zeitschrift des Vereins Deutscher Ingenieure*, 68(14):339–341, 1924.
- [26] M. A. Miner et al. Cumulative damage in fatigue. *Journal of applied mechanics*, 12(3):159–164, 1945.
- [27] Z. Hashin. A reinterpretation of the palmgren-miner rule for fatigue life prediction. *Journal of Applied Mechanics*, 47(2):324–328, 1980.
- [28] Z. Hashin and A. Rotem. A cumulative damage theory of fatigue failure. *Materials Science and Engineering*, 34(2):147–160, 1978.
- [29] A. A. Griffith. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical transactions of the royal society of london. Series A, containing papers of a mathematical or physical character*, 221:163–198, 1921.
- [30] N. B. Salem. Fiabilité des assemblages structuraux collés pour applications spatiales. PhD thesis, 2012.
- [31] C. Bretton and G. Villoutreix. Familles d'adhésifs et caractérisation d'un collage structural. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux fonctionnels*, 1(N1650), 2005.
- [32] M. Bourgeois, L. Sohier, R. Créac'hcadec, J. Y. Cognard, et al. Etude du comportement d'une colle dans un assemblage. comparaison de différents essais. 2009.
- [33] M. Arcan, Z. Hashin, and A. Voloshin. A method to produce uniform plane-stress states with applications to fiber-reinforced materials. *Experimental Mechanics*, 18(4):141–146, 1978.
- [34] T. Brosh, R. Pilo, and M. Arcan. Shear modulus—measurement methodology with application to light-cured resin composites. *Dental Materials*, 12(1):52–57, 1996.
- [35] O. Volkersen. Die nietkraftverteilung in zugbeanspruchten nietverbindungen mit konstanten laschenquerschnitten. *Luftfahrtforschung*, 15(1/2):41–47, 1938.
- [36] J. A. Harris and R. A. Adams. Strength prediction of bonded single lap joints by non-linear finite element methods. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 4(2):65–78, 1984.
- [37] Jr. Krieger and B. Raymond. Stress analysis concepts for adhesive bonding of aircraft primary structure. *Adhesively Bonded Joints: Testing, Analysis, And Design*, pages 264–275, 1988.
- [38] J. Y. Cognard, P. Davies, B. Gineste, and L. Sohier. Development of an improved adhesive test method for composite assembly design. *Composites Science and Technology*, 65(3):359–368, 2005.

- [39] R. Créac'hcadec, G. Jamin, J. Y. Cognard, and P. Jousset. Experimental analysis of the mechanical behaviour of a thick flexible adhesive under tensile/compression-shear loads. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 48:258–267, 2014.
- [40] D. Leguillon and E. Sanchez-Palencia. *Computation of singular solutions in elliptic problems and elasticity*. John Wiley & Sons, Inc., 1987.
- [41] J. Y. Cognard, R. Créac'hcadec, L. Sohier, and P. Davies. Analysis of the nonlinear behavior of adhesives in bonded assemblies—comparison of tast and arcan tests. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 28(8):393–404, 2008.
- [42] R. Créac'hcadec. *Analyse et modélisation du comportement non-linéaire d'assemblages collés pour application marine*. PhD thesis, Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale, 2008.
- [43] P. Cognard. Collage des matériaux: Mécanismes. classification des colles. *Techniques de l'ingénieur.*, 4(BM7615):BM7615–1, 2002.
- [44] M. Dusek and C. Nottay, J.and Hunt. *The Use of Shear Testing and Thermal Cycling for Assessment of Solder Joint Reliability*. National Physical Laboratory. Great Britain, Centre for Materials Measurement and Technology, 2000.
- [45] G. Khatibi, W. Wroczewski, B. Weiss, and H. Ipser. A novel accelerated test technique for assessment of mechanical reliability of solder interconnects. *Microelectronics Reliability*, 49(9):1283–1287, 2009.
- [46] D. J. Xie. A new experimental method to evaluate creep fatigue life of flip-chip solder joints with underfill. *Microelectronics Reliability*, 40(7):1191–1198, 2000. Times Cited: 12 Xie, DJ 13.
- [47] M. J. Rizvi, Y. C. Chan, C. Bailey, and H. Lu. Study of anisotropic conductive adhesive joint behavior under 3-point bending. *Microelectronics Reliability*, 45(3):589–596, 2005.
- [48] P. Jesudoss, A. Mathewson, W. Wright, and F. Stam. Mechanical assessment of an anisotropic conductive adhesive joint of a direct access sensor on a flexible substrate for a swallowable capsule application. *Microelectronics Reliability*, 53(3):452–462, 2013.
- [49] D. Maugis. *Contact, adhesion, and rupture of elastic solids,* volume 130. Springer Verlag, 2000.
- [50] L. A. Carlsson, D. F. Adams, and R. B. Pipes. *Experimental characterization of advanced composite materials*. CRC press, 2014.
- [51] G. R. Irwin. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics.*, 1957.
- [52] W. Wang, M. Nakata, Y. Takao, and T. Matsubara. Experimental investigation on test methods for mode ii interlaminar fracture testing of carbon fiber reinforced composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(9):1447–1455, 2009.
- [53] S. Suresh. Fatigue of Materials. Cambridge University Press, 1998.
- [54] C. Bathias, J.P. Baïlon, et al. La fatique des matériaux et des structures. Maloine, 1980.
- [55] L. F. Coffin. A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. *trans. ASME*, 76:931–950, 1954.

- [56] S. S. Manson and T. J. Dolan. *Thermal stress and low cycle fatigue*, volume 33. 1966.
- [57] E. E. Baldwin, G. J. Sokol, and L. F. Coffin. Cyclic strain fatigue studies on aisi type 347 stainless steel. 1957.
- [58] T. A. Johnson. Cyclic deformation and failure of polymers. *Cyclic stress-strain behavior-analysis, experimental, prediction, and failure, ASTM STP*, 519:70–79, 1973.
- [59] K. C. Norris and A. H. Landzberg. Reliability of controlled collapse interconnections. *IBM Journal of Research and Development*, 13(3):266–271, 1969.
- [60] R. Darveaux and K. Banerji. Fatigue analysis of flip chip assemblies using thermal stress simulations and a coffin-manson relation. In *Electronic Components and Technology Conference*, 1991. Proceedings., 41st, pages 797–805. IEEE, 1991.
- [61] R. Darveaux and K. Banerji. Constitutive relations for tin-based solder joints. *Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on*, 15(6):1013–1024, 1992.
- [62] W. Engelmaier. Functional cycling and surface mounting attachment reliability. *ISHM Technical Monograph Series 6894-002, ISHM*, pages 87–114, 1984.
- [63] W. Engelmaier. The use environments of electronic assemblies and their impact on surface mount solder attachment reliability. *Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on*, 13(4):903–908, 1990.
- [64] O. Rusanen. Adhesives in micromechanical sensor packaging. PhD thesis, 2000.
- [65] H. U. Akay, N. H. Paydar, H. Zhang, and G. Glogas. Viscoelastic study of a conductive adhesive for electronic packages. part 2: thermal stress analysis using the finite element method. *International Journal of Microelectronic Packaging Materials and Technologies*, 1(3):225–33, 1998.
- [66] K. Doi, N. Hirano, T. Okada, Y. Hiruta, T. Sudo, and M. Mukai. Prediction of thermal fatigue life for encapsulated flip chip interconnection. *International Journal Of Microcircuits And Electronic Packaging*, 19:231–237, 1996.
- [67] R. Dudek, D. Vogel, and B. Michel. Mechanical failure in cob-technology using glob-top encapsulation. *Components, Packaging, and Manufacturing Technology, Part C, IEEE Transactions on*, 19(4):232–240, 1996.
- [68] O. Rusanen. Modelling of ica creep properties. pages 194–198, 2000.
- [69] P. C. Paris and F. Erdogan. A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Fluids Engineering*, 85(4):528–533, 1963.
- [70] M. L. Williams, R. F. Landel, and J. D. Ferry. The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids. *Journal of the American Chemical Society*, 77(14):3701–3707, 1955.
- [71] A. Launay, H. M. Mahaman, Y. Marco, I. Raoult, and F. Szmytka. Cyclic behaviour of short glass fibre reinforced polyamide: Experimental study and constitutive equations. *International Journal of Plasticity*, 27(8):1267–1293, 2011.
- [72] F. Lachaud. Contribution à l'analyse multi échelle du comportement mécaniquenon linéaire matériau des structures composites. *Habilitation à Dirigier des Recherches*, 2011.

- [73] A. Launay, M. H. Marco, Y.and Maitournam, I. Raoult, and F. Szmytka. Cyclic behavior of short glass fiber reinforced polyamide for fatigue life prediction of automotive components. *Procedia Engineering*, 2(1):901–910, 2010.
- [74] J. Kichenin. *Comportement thermomécanique du polyéthylène. Application aux structures gazières*. PhD thesis, 1992.
- [75] G. Taguchi. *Introduction to quality engineering: designing quality into products and processes.* 1986.
- [76] J. Goupy. *Pratiquer les plans d'expériences*. Dunod, 2005.
- [77] D. Collombier. *Plans d'expérience factoriels: construction et propriétés des fractions de plans,* volume 21. Springer, 1995.
- [78] Sonoscan. Visual acoustics set-up and operation manual, Version 1.73 S2 edition, April 1999.
- [79] D. M. Parks. The virtual crack extension method for nonlinear material behavior. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 12(3):353–364, 1977.
- [80] F. Z. Li, C. F. Shih, and A. Needleman. A comparison of methods for calculating energy release rates. *Engineering Fracture Mechanics*, 21(2):405–421, 1985.
- [81] B. Moran and C. F. Shih. Crack tip and associated domain integrals from momentum and energy balance. *Engineering Fracture Mechanics*, 27(6):615–642, 1987.
- [82] R. Krueger. Virtual crack closure technique: history, approach, and applications. *Applied Mechanics Reviews*, 57(2):109–143, 2004.
- [83] M. D. McKay, R. J. Beckman, and W. J. Conover. Comparison of three methods for selecting values of input variables in the analysis of output from a computer code. *Technometrics*, 21(2):239–245, 1979.
- [84] I. Sobol'. On sensitivity estimation for nonlinear mathematical models. *Matematicheskoe Modelirovanie*, 2(1):112–118, 1990.
- [85] N. Roussouly. *Approche probabiliste pour la justification par analyse des structures spatiales*. PhD thesis, 2011.
- [86] B. Sudret. Global sensitivity analysis using polynomial chaos expansions. *Reliability Engineering & System Safety*, 93(7):964–979, 2008.
- [87] S. Dubreuil, M. Berveiller, F. Petitjean, and M. Salaün. Construction of bootstrap confidence intervals on sensitivity indices computed by polynomial chaos expansion. *Reliability Engineering & System Safety*, 121:263–275, 2014.

Annexe A

A.1. Campagne d'essais préliminaires : Traction uniaxiale

A.1.1 Moulage des éprouvettes haltères

La colle n'est seulement disponible que sous la forme de seringues de 5cc. La fabrication des éprouvettes s'oriente d'abord vers le moulage plutôt que la découpe. Les dimensions sont modifiées par rapport à la norme ISO 527-2 pour s'adapter à la disponibilité limitée des doses. La Figure A-1 présente le design des éprouvettes altère (à gauche) moulées dans un moule en PEEK (à droite).

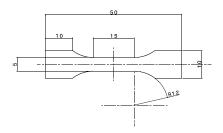




Figure A-1 : Dimensions des éprouvettes de colle moulées dans un moule en PEEK à 6 alvéoles

Le coefficient de dilatation thermique du PEEK est suffisamment bas pour conserver les alvéoles aux bonnes dimensions. Sa rigidité et l'accroche de la colle sur le PEEK implique l'utilisation de différents agents démoulant.

A.1.2 Présence de porosités aux clichés RX

La Figure A-2 présente le cliché d'une analyse aux rayons X d'une éprouvette intacte et d'une éprouvette rompue. Les porosités s'avère être présentes dans tout le volume de colle. Cela est confirmé après sollicitation par les faciès de rupture.





Figure A-2 : Cliché RX d'une éprouvette testée et d'une éprouvette intacte

Les porosités peuvent être d'origines différentes : dilatation hétérogène de la résine de par une distribution hétérogène des particules d'argent, retrait homogène de la colle, dégazage des solvants pendant la polymérisation.

Il est important de mettre au point des éprouvettes saines pour éviter la caractérisation de phénomènes provenant de ces défauts de fabrication.

A.1.3 Modification du protocole de moulage

Améliorer le procédé de moulage des éprouvettes est le premier axe de travail. La première étape consiste à faire varier certains paramètres de fabrication qui sont détaillés dans le Tableau A-1.

Tableau A-1 : Liste des paramètres susceptibles d'intervenir dans la formation de porosités

Paramètre	Initial	Modification		
Culottage du moule avec l'agent démoulant	Aucun	Dégazage et séchage à 110°C d'une couche de démoulant silicone à 4 reprises		
Dégazage des seringues après décongélation	10 min	24 h		
Dégazage avant polymérisation	Aucun	Dégazage long sous enceinte à vide sous 0.4bar de pression		
Vibration du moule	Léger	Important		
Quantité de colle	Remplissage sur 2mm de hauteur	Remplissage sur 1mm de hauteur		

Le culottage du moule permet de prévenir du dégazage de l'agent démoulant dans la colle. Le dégazage des seringues à l'ambiante sert à éviter l'infiltration d'eau dans la colle à cause de la condensation après sortie du congélateur. Le dégazage de la colle sous vide sert à faire remonter les bulles d'air emprisonnées lors de la dispense. La vibration du moule s'inscrit dans le même raisonnement, il s'agit d'augmenter au maximum la bonne répartition de la colle dans les alvéoles. Le dernier paramètre de quantité de colle a pour but de réduire la masse et, de ce fait, la taille des zones d'hétérogénéité formant des fissures de retrait.

L'ensemble des éprouvettes prototypes réalisés ont été contrôlées aux Rayons X. Le test de ces paramètres n'a pas permis de solutionner les problèmes de moulage en alvéole. Des pertes sont déplorées même avec l'utilisation de démoulant. Le dégazage des seringues a semblé sans influence. Au contraire, dégazer la colle une fois dispensée semble avoir fait migrer l'air pour finir par former des porosités plus importantes dans l'éprouvette. La colle était trop visqueuse pour que le brassage par vibration fonctionne bien.

Finalement c'est le dernier paramètre qui s'avère avoir un effet sur la qualité des éprouvettes. L'hétérogénéité semble diminuer avec l'épaisseur de colle moulée. L'état général est plus satisfaisant.

A.2. Moyens et protocole d'essai

A.2.1 Dispositif de stéréo corrélation et enceinte thermique

Une machine de traction MTS 800 du service de caractérisation des matériaux au CNES est utilisée pour les essais de traction monotone sur les éprouvettes altères moulées. La plus petite cellule d'effort disponible a une capacité de 1kN Figure A-3. Un dispositif de stéréo corrélation ARAMIS est

aussi disponible pour la mesure du coefficient de Poisson sur des éprouvettes pourvues d'un mouchetis. L'extensomètre MTS placé sur le côté fait figure de redondance pour la mesure de déformation.

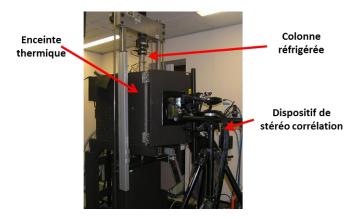


Figure A-3: Banc d'essai pour les essais de traction monotone à température

A.2.2 Moyens complémentaires : Dilatomètre et DSC

Un moyen d'analyse thermomécanique TMA 402 de Netsch est aussi disponible pour les essais sur de petits volumes de matière. A l'aide de mors en verre, il est possible de mesurer la dilatation thermique de la colle. Le traitement de ces analyses permet d'obtenir la température de transition vitreuse de l'adhésif.

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) vient confirmer la valeur de la T_g grâce à la mesure des variations enthalpiques d'un échantillon de colle sous un échelon de température. Ce moyen d'essai permet aussi de vérifier le cycle de polymérisation optimal en réalisant la cuisson de quelques microgrammes de colle.

A.2.3 Matrice d'essais

La température et la vitesse de chargement sont les deux paramètres principaux investigués pour en déterminer l'influence sur ce matériau polymère. Le Tableau A-2 présente la matrice d'essais de cette campagne de traction monotone sur éprouvettes de colle.

0.1mm/min 0.5mm/min 1mm/min 10mm/min -50°C 0 2 0 25°C 3 10 10 10 50°C 1 0 3 1 150°C 1 0 3 1

Tableau A-2: Matrice d'essais de traction monotone

Ce plan d'essai est une modification du plan initial plus équilibré. Les difficultés rencontrées telles que la corrélation d'image en température, le contrôle de la température basse ou encore la rupture précoce des éprouvettes imposent la limitation aux deux zones grisées du Tableau A-2.

A.3. Analyse des résultats

A.3.1 Influence des conditions d'essai

Il est clair que l'adhésif dépend très largement de la température. La Figure A-4 présente les courbes de contraintes – déformations des essais de tractions à 1mm/min de taux de chargement pour les différentes températures du plan.

Le premier constat est l'ampleur du changement de comportement constaté. Le module d'Young apparent varie entre 7 GPA à seulement 125 MPa pour les plus hautes températures. L'instant de la rupture varie aussi au cours de ces essais.

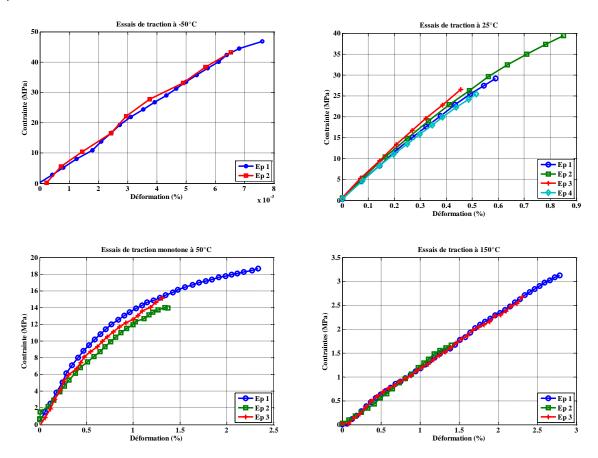


Figure A-4 : Essais de traction uniaxiale à 1mm/min à différentes températures

Le même constat est fait sur des résultats d'essais à différentes vitesses de sollicitation à l'ambiante en Figure A-5.

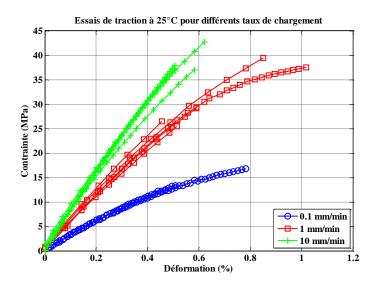


Figure A-5 : Essai de traction uniaxiale à 25°C à différentes vitesses de déplacement

Dans le but de caractériser entièrement le comportement l'adhésif sur sa gamme de température d'utilisation, notamment au cours d'un essai de qualification thermique, des moyens de caractérisation viscoélastiques sont mis en œuvre dans la suite de la campagne en chapitre 2.

Deux instrumentations différentes ont été testées en vue des essais à température. Il s'agit de la mesure de l'allongement de l'éprouvette à l'aide d'un extensomètre ou bien par corrélation d'images. L'avantage de la seconde technique est de permettre la mesure du coefficient de poisson du matériau (cf. Figure A-6). La moyenne obtenue sur l'ensemble des essais est égale à 0.38.

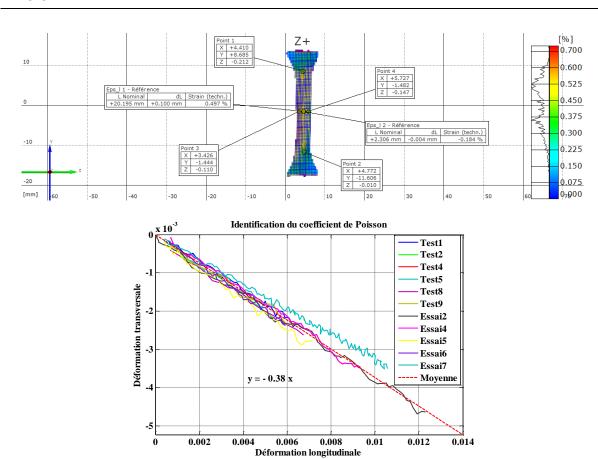


Figure A-6 : Courbes du rapport des déformations longitudinales et transversales obtenues par corrélation d'images (Post traitement ARAMIS au-dessus)

Quelques essais en température ont été réalisés à 50, 125 et -50°C. Ils ont été réalisés avec une vitesse de chargement égale à 1mm/min.

Le Tableau A-3 rassemble les propriétés matériau identifiées aux températures testées.

Tableau A-3: Principales propriétés du matériau aux 4 températures d'essais

	-50°C	25°C	50°C	125°C
Module d'Young	7 GPa	6 GPa	2 GPa	125 MPa
Coefficient de Poisson	NA	0.38	NA	NA
Effort à rupture	50 MPa	35 MPa	15 MPa	3 MPa
Deformation à rupture	0,7%	1%	2,5%	3%

A.3.2 Résultats complémentaires

La Figure A-7 est la mesure de la déformation thermique de l'adhésif LMISR4 entre 20 et 150°C réalisée à l'aide d'un dilatomètre.

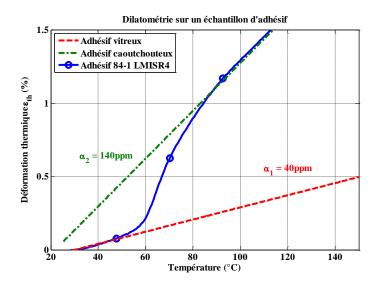


Figure A-7: Essai de dilatométrie sur un échantillon de la colle LMISR4

D'après la courbe, la température de transition vitreuse avoisine les 70°C. Le coefficient de dilatation thermique de la colle est affecté par le changement de comportement de la colle à la transition vitreuse et possède donc deux valeurs différentes et stables de part et d'autre de la Tg.

Ces résultats montrent qu'une forte variation du volume de la colle est attendue à chaque changement de température.

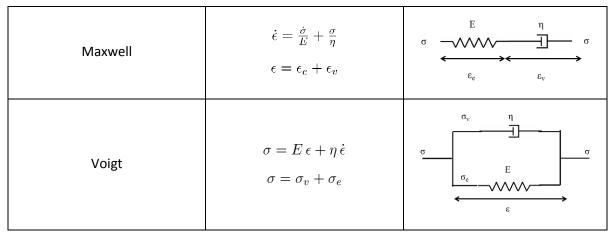
A.4. Essais dynamiques

A.4.1 Présentation du modèle viscoélastique de Maxwell généralisé

En rhéologie des matériaux, il est possible de modéliser chaque comportement par l'association en série ou en parallèle de briques élémentaires, c'est-à-dire autant de sous modèles simples dont les champs de déformation et de contrainte sont déterminés par une loi constitutive indépendante des autres éléments.

Dans le formalisme usuel de la mécanique des milieux continus, le ressort est l'élément qui correspond à la loi de Hooke dans le cas des matériaux élastiques, tandis que l'amortisseur représente la dépendance au temps du matériau au sens de Norton. Les associations possibles de ces deux éléments de base fournissent différents modèles. Les plus connus sont le modèle de Maxwell et le modèle de Voigt présentés dans le Tableau A-4.

Tableau A-4 : Descirption des modèles de Maxwell et Voigt

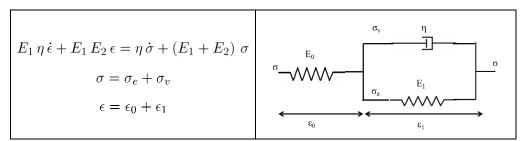


Ces deux modèles sont très pratiques car très simples à caractériser et à mettre en œuvre. Cependant ils restent assez limités et peuvent s'avérer peu représentatifs des applications visées. Par exemple, l'évolution de la déformation pendant un essai de fluage est linéaire et ne sature jamais avec un modèle de Maxwell, ce qui n'est pas réaliste. De même, le modèle de Voigt ne propose pas de partie élastique instantanée pour un fluage et ne peut pas reproduire un échelon de déformation pour une relaxation car la contrainte tend vers l'infini.

C'est pourquoi il faut compléter le comportement viscoélastique des deux modèles de bases en associant un ressort (une raideur instantanée) en parallèle (pour le modèle de Maxwell) et en série (pour le modèle de Voigt).

Les modèles obtenus sont équivalents et sont appelés modèle de Zener ou bien modèle SLS pour Standard Linear Solid. Ce dernier est utilisé pour modéliser un matériau viscoélastique en imposant soit une contrainte, soit une déformation comme le permet l'équation différentielle en Tableau II-2.

Tableau A-5 : Description du modèle de Zener



Ce modèle de viscoélasticité linéaire permet de décrire à la fois des phénomènes de relaxation et de fluage de manière transitoire. Il devient la référence pour la simulation des phénomènes visqueux. Cependant il est limité dans le profil d'évolution temporel. En effet, le caractère visqueux est entièrement piloté par l'amortisseur. Le temps de retard η peut, dans certains cas, ne pas être suffisant pour reproduire fidèlement l'évolution des contraintes et déformations en fonction du temps.

Pour résoudre ce problème, il est possible d'ajouter en parallèle sur l'ensemble du modèle de Zener, autant de modèles élémentaires de Maxwell que nécessaire ce qui est équivalent à des modèles de Voigt en série. C'est le modèle de Maxwell généralisé illustré en Figure A-8.

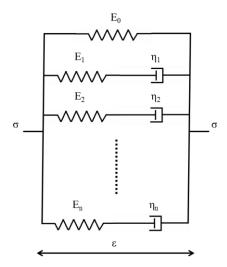


Figure A-8 : Schéma du modèle de Maxwell généralisé

La résolution de l'équation différentielle associée est une somme de fonctions exponentielles qui permet de reproduire à la fois les effets visqueux présents aux temps courts et ceux apparaissant au bout de temps plus longs.

$$\sigma(t) = E_{\infty} \epsilon_0 + \sum_{i=1}^n E_i \epsilon_0 e^{-\frac{t}{\tau_i}}$$

$$\epsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E_0} + \sum_{i=1}^n \frac{\sigma_0}{E_i} e^{-\frac{t}{\tau_i}}$$
(A-1)

Où ϵ_0 est la déformation imposée lors d'un essai de relaxation et σ_0 est la contrainte imposée lors d'un essai de fluage.

A.4.2 Passage dans le domaine fréquentiel

Dans le domaine fréquentiel, les fonctions précédentes peuvent être exprimés en fonction de la fréquence ω par :

$$\sigma(\omega) = \sigma_0 e^{-i\omega t}$$

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_0 e^{-i\omega t}$$
(A-2)

La méthode de Prony est une adaptation des transformées de Fourier qui permet d'exprimer un signal temporel en combinaison de sinusoïdes. On peut démontrer que les coefficients de Prony E_k et τ_k dépendent directement du nombre de modules et de temps de retard considérés dans le modèle de Maxwell généralisé. Cette méthode amène à exprimer le module de relaxation et la complaisance de fluage par :

$$E(\omega) = \frac{\sigma(\omega)}{\epsilon_0} = E_0 + \sum_{k=1}^n \frac{\omega^2 \tau_k^2 E_k}{\omega^2 \tau_k^2 + 1} + i \sum_{k=1}^n \frac{\omega \tau_k E_k}{\omega^2 \tau_k^2 + 1}$$

$$J(\omega) = \frac{\epsilon(\omega)}{\sigma_0} = \frac{1}{E_\infty} + \sum_{k=1}^n \frac{\frac{1}{E_k}}{\omega^2 \tau_k^2 + 1} + i \sum_{k=1}^n \frac{\frac{\omega \tau_k}{E_k}}{\omega^2 \tau_k^2 + 1}$$
(A-3)

Une analyse mécanique dynamique permet de tracer ces grandeurs en fonction de la fréquence de sollicitation du matériau via la raideur et le coefficient d'amortissement à différentes fréquences à isotherme dans le but d'identifier les coefficients de Prony nécessaires au modèle de Maxwell généralisé. La Figure A-9 montre les valeurs de ces deux modules pour un balayage en fréquence entre 1 et 100 Hz d'un déplacement de 0.01mm d'amplitude à différentes températures.

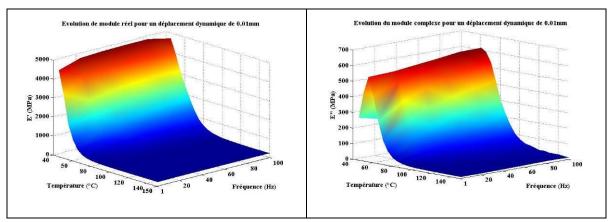


Figure A-9 : Variations de la raideur et de l'amortissement de l'éprouvette à différentes températures entre 1 et 100 Hz

La fréquence de sollicitation applicable est limitée par les capacités de la machine et du capteur d'effort piézoélectrique. C'est pourquoi l'essai est réduit aux basses fréquences pour les éprouvettes de colle très raides à l'ambiante.

Le modèle d'équivalence de William Landel Ferry (ou WLF) [14] permet de tracer des courbes maîtresses en Figure A-10.

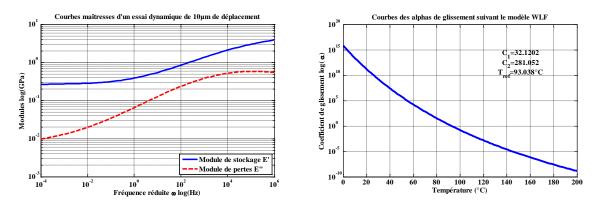


Figure A-10 : Courbes maîtresses obtenues à l'aide du principe d'équivalence WLF

Des facteurs de glissements α sont calculés de façon à faire correspondre une loi logarithmique aux points expérimentaux issus des balayages en fréquences à différentes isothermes. Les facteurs de glissements suivent la loi WLF suivante :

$$\log\left(\alpha(T)\right) = \frac{-C_1 \left(T - T_{ref}\right)}{C_2 + T - T_{ref}} \tag{A-4}$$

Où $C_{\rm L}$ C_2 et T_{ref} sont des coefficients recalés pour arriver à tracer les courbes maîtresses précédentes.

Les coefficients des courbes maîtresses sont ensuite utilisés pour calculer les coefficients de Prony à insérer dans ABAQUS pour la simulation de la viscoélasticité de la colle à l'aide de la fonction *VISCOELASTIC.

L'implémentation de ces coefficients viscoélastiques dans ABAQUS n'est malheureusement pas suffisante pour bien reproduire les phénomènes observés expérimentalement. Une caractérisation plus poussée est mise en place avec notamment des essais de fluage et recouvrance sur des éprouvettes allumettes.

Annexe B

B.1. Plan d'expériences n°1

B.1.1 Véhicules de test du plan d'expériences 1

Les cas de collage définis dans le plan fractionné L16 sont chacun répétés 3 fois et répartis sur 4 supports en fonction des préparations de surface prévues. La rigidité des supports et l'espacement des empilements n'impliquent pas d'interaction significative entre les reports collés. Cette méthode permet ainsi de limiter le nombre d'opérations, notamment pour la préparation de surface pour un support. Le nombre de manipulations est aussi réduit au moment du collage automatique et du contrôle qualité en comparaison à des éprouvettes avec supports individuels.

Le motif de dispense utilisé est la répétition d'une spirale de 9x9mm² comme visible en Figure B-1.

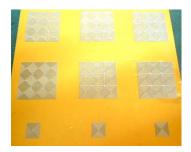


Figure B-1 : Motifs de dispense utilisés pour les 4 véhicules de test du plan d'expériences 1

La Figure B-2 présente les 4 véhicules de tests de ce plan d'expériences : répartition des cas de collage, aspect extérieur et analyses MAB à l'état initial. Les véhicules de test S0M0 et S1M0 accueillent plus de MIC 9x9mm² que prévu dans le plan. Un collage non conforme aux cas spécifiés a requis des composants supplémentaires pour respecter le plan d'expériences.

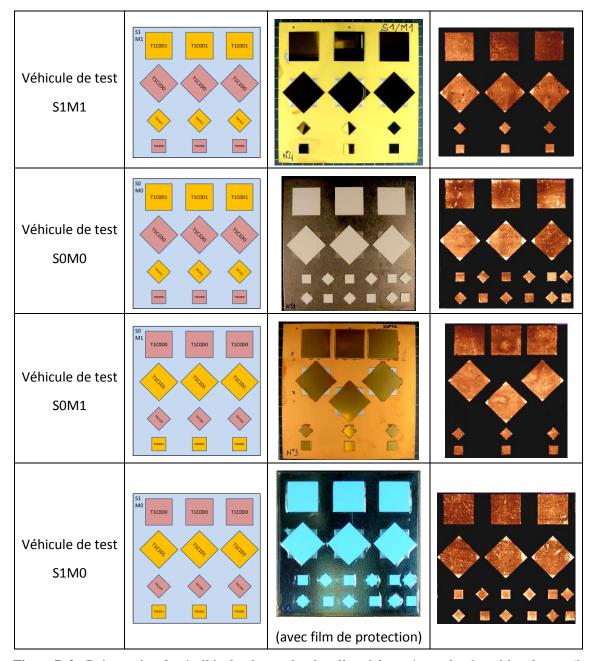


Figure B-2 : Présentation des 4 véhicules de test du plan d'expérience 1 avec la répartition des cas (à gauche) sur les plaques de Kovar en fonction de leur revêtement (au centre) et les clichés MAB initiaux (à droite)

La photographie du véhicule de test S1M0 apparait bleue à cause du film de protection utilisée contre l'infiltration d'eau au moment de l'analyse au Microscope Acoustique à Balayage. Ce film plastique possède un adhésif très peu adhérent qui permet la transmission d'ondes acoustiques et son retrait sans endommager les collages.

B.1.2 Interprétation du MAB

L'interprétation des C-scans réalisés au Microscope Acoustique à Balayage peut être parfois difficile. Les contrastes du rendu renseignent sur les variations de densité à l'interface ciblée par le faisceau. Certains échos se situent à mi-chemin entre une zone dense et collée et une zone poreuse. Des contrôles de facies de rupture permettent de mieux comprendre les C-scans correspondant. La Figure B-3 présente un exemple de comparaison MAB et facies de rupture intéressant.

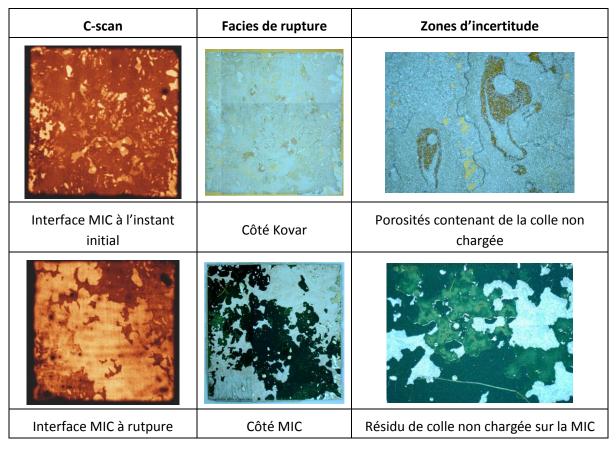


Figure B-3: Comparaison des C-scans réalisés au MAB avec le facies de rutpure d'un assemblage

Premièrement, le délaminage de la MIC visible sur le facies de rupture est très bien détecté au MAB comme le montre la zone peu dense représentée en blanc sur la MAB après rupture. Les contrastes présents à l'état initial sont une variation de densité principalement due aux porosités dont le relief est retrouvé sur le facies de rupture côté Kovar. Les différentes teintes qui ressortent du MAB sont en fait des constituants de la colle non chargés de particules d'argent. Ce produit de polymérisation possédant une plus faible densité migre parfois à l'interface ou dans des porosités et produit alors des contrastes différents au MAB.

B.1. Validation de la modélisation en 2D

B.1.1 Dilatation différentielle

Les dilatations différentielles entre les 3 matériaux de l'assemblage collé génèrent le chargement mécanique à simuler. Elles doivent donc être prises en compte dans la simplification 2D. En effet, si au départ des hypothèses de calcul en déformations planes généralisées auraient permis de prendre en compte la profondeur le long de la diagonale du collage, elles ne permettent pas de recréer l'écart entre la dilatation de la colle et la stabilité des adhérents qui contraint l'adhésif.

La modélisation 2D suivant les hypothèses de déformations planes ne pose pas de problème à partir du moment où les deux adhérents sont élastiques, c'est-à-dire que leur chargement ne dépend

d'aucun critère basé sur les invariants. Les adhérents n'étant pas l'objet d'étude, les forts niveaux de contraintes qui sont atteints hors plan dans ces parties de l'assemblage à cause de l'hypothèse de déformations planes sont ignorés.

Autre point important, les adhérents sont très stables en température et agissent donc comme un encastrement du joint de colle. La différence de dilatation thermique entre le joint et les adhérents reproduit des conditions aux interfaces proches des hypothèses de déformations planes en 2D où toute déformation hors plan est nulle. Cela n'aurait pas été possible dans le cas contraire, avec un support aluminium par exemple qui possède un coefficient de dilatation plus élevé et permet une certaine liberté de la colle sur la gamme de température simulée.

La Figure B-4 montre que le chargement du joint de colle purement élastique est comparable entre les modèles 2D et 3D.

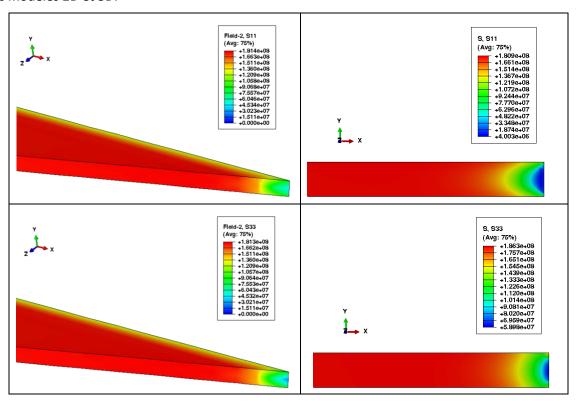


Figure B-4 : Comparaison des contraintes de traction dans les directions du plan de collage 3D dont le repère est aligné sur la diagonale (à gauche) et celles issues du modèle 2D (à droite)

B.1.2 Modélisation des défauts en 2D

L'objectif principal de ce modèle est de permettre la simulation de défauts de natures différentes : délaminages, porosités. Or, placer un défaut de ce type dans un modèle 2D équivaut à endommager l'assemblage volumique de part en part par extrapolation. Ces défauts ont du sens en se plaçant dans le coin. A cet endroit du modèle 3D, un manque de colle ou bien un délaminage peut correspondre au défaut traversant modélisé en 2D. Cela ne pose donc pas de problème lors de l'analyse qui montre que les effets de bords sont responsables du chargement critique des défauts présents à l'interface de la MIC.

B.2. Assemblage 2D viscoplastique

B.2.1 Viscoplasticité du joint de colle

La caractérisation du matériau présentée au chapitre 2 permet d'implémenter le comportement non linéaire identifié à l'aide du modèle Two-Layers dans ABAQUS. La simulation d'un essai thermique de qualification génère des déformations thermiques à partir de la température de polymérisation prise comme température libre de chargement. L'encastrement du joint de colle entre deux pièces thermiquement plus stables contraint l'adhésif en fonction de l'amplitude de température.

Ces niveaux de chargement, très élevés dans le cas purement élastique, produisent un écoulement viscoplastique avec le modèle Two-Layers et permet la relaxation des contraintes au cours du temps. La Figure B-5 présente la répartition de l'écoulement plastique au voisinage du bord du joint de colle.

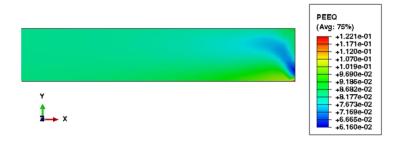


Figure B-5 : Profils des déformations plastiques équivalentes au voisinage du bord à la fin du palier froid

Le faible seuil élastique déterminé dans le recalage du modèle Two-Layers implique l'apparition de déformation pseudo plastique dans tout le joint dès le début du retrait de la colle. Elle est d'environ 8% dans la zone courante et atteint 12% proche du point singulier à l'interface du support au bord.

Le moment où la déformation plastique est générée correspond principalement à la partie de la transition d'une étuve à l'autre au cours de laquelle les contraintes apparaissent. Le phénomène est exacerbé au-dessus de Tg à cause de l'importante viscosité du matériau.

B.2.2 Effets des cycles

La modélisation non linéaire de l'adhésif permet d'éviter de surestimer le chargement du joint dont les valeurs de contraintes sont très élevées en présence d'un comportement purement élastique comme constaté précédemment. L'autre intérêt d'une modélisation viscoplastique est d'évaluer l'effet du cyclage thermique sur le chargement de l'assemblage (cf. Figure B-6).

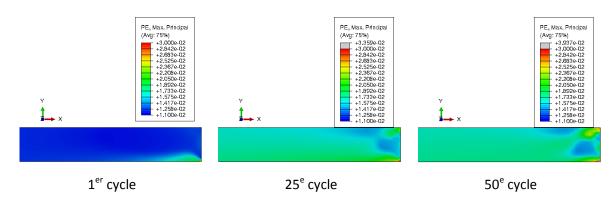


Figure B-6 : Distribution de la déformation plastique dans le repère principal après différents nombres de cycles entre 1% et 3%

L'évolution de la déformation plastique pilotée par le modèle Two-Layers se poursuit au cours des cycles. Il se forme des zones de plastification importante autour des points singuliers aux interfaces au bord. En zone courante, la déformation plastique aussi augmente au cours des cycles mais semble s'être stabilisé entre 25 et 50 cycles.

Ainsi l'écoulement pseudo plastique constaté en zone courante passe par un régime transitoire avant de se stabiliser en Figure B-7.

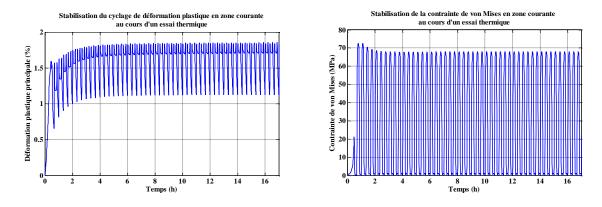


Figure B-7 : Régimes transitoires et stabilisés des évolutions de la déformation plastique principale et des contraintes de von Mises en zone courante

Les observations expérimentales n'ont pas suscité de poursuivre l'étude de l'effet des cycles sur les déformations inélastiques alternées. Cependant, la modélisation Two-Layers du matériau permet d'éviter de surestimer les niveaux de contraintes constatés avec un comportement purement élastique de l'adhésif.

Ainsi les contraintes transverses dans la zone à proximité du bord sont relaxées jusqu'à stabilisation au cours des cycles. Ce qui se retrouve naturellement sur les calculs du taux de restitution d'énergie aux frontières d'un délaminage ou d'une fissure débouchant sur le bord à l'interface de la MIC

De manière conservative, seul le premier cycle thermique est pris en compte dans le reste de l'étude et notamment l'extraction du taux de restitution d'énergie pour la caractérisation de l'amorçage d'un défaut.

B.3. Etudes paramétriques et analyses de sensibilités

B.3.1 Echantillonnage par Hypercube Latin

Il n'est pas possible de réaliser un plan complet. Le maillage raffiné pour l'étude des phénomènes d'interface implique un temps de calcul relativement important pour chaque cas simulé. Il faut envisager des plans réduits judicieusement définis pour représenter au mieux les possibilités de combinaison des facteurs tout en réduisant le temps de calcul total.

La méthode choisie pour le design d'un plan d'expériences numériques efficace fait appel à l'échantillonnage par hypercube latin (ou LHS pour Latin Hypercube Sampling) introduit par McKay [83].

Dans ce type de plan, la combinaison des facteurs pour chaque échantillon est exclusive, c'est-à-dire sans répétition des niveaux des facteurs pouvant amener à la simulation de cas proches comme illustré en Figure B-8 a).

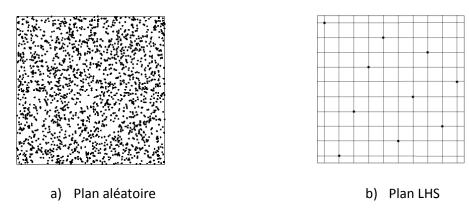


Figure B-8: Echantillonage d'un plan de deux facteurs

Le domaine est prédécoupé en un nombre d'intervalles qui correspond au nombre d'échantillons à tester. La définition de chaque cas est réalisée en tirant aléatoirement un intervalle de chaque facteur parmi les intervalles restants. La Figure B-8 b) montre un carré latin à deux facteurs A et B (en ligne et en colonne). Chaque point est un cas à simuler qui combine deux niveaux des facteurs du plan, niveaux qui ne seront jamais retiré pour les autres cas.

Attention, il ne faut pas confondre un échantillonnage en hypercube latin avec un échantillonnage orthogonal. Ce dernier est plus strict que le LHS puisqu'il impose une répartition dans le domaine en plus de l'exclusivité des niveaux. Il subdivise le domaine en sous domaine où est tiré le même nombre d'échantillons chacun.

Une fonction MATALB (*Ihsdesign*) permet de construire des plans d'expériences numériques par tirage aléatoire dans le domaine de variation de chaque facteur en suivant les règles du LHS. Pour chaque cas du plan, une routine MATLAB génère les données utilisées dans le script python exécuté par ABAQUS.

Une fois le calcul achevé, un second script permet d'extraire les résultats désirés dans un fichier texte pour ne pas conserver les fichiers de simulation trop volumineux. La routine MATLAB réitère jusqu'à générer une banque de données relativement légère et facile à manipuler par la suite. Les résultats extraits ne sont pas interprétable en l'état à cause de la génération aléatoire du plan. Il est

nécessaire de mesurer l'influence de chaque paramètre et tenter d'identifier une loi de comportement globale : le méta-modèle.

B.3.2 Identification d'un méta-modèle polynomial

Le méta-modèle est une relation entre une grandeur d'intérêt y issue des simulations numériques et un ensemble de M paramètres d'entrée $\mathbf{x}=(x_1,...,x_m)$ provenant du plan d'expériences. Cette relation peut être décrite par une fonction telle que $y=\phi(\mathbf{x})$. Il est préférable d'approcher cette fonction par son développement limité car elle peut être très générale.

L'identification d'un méta-modèle consiste, habituellement, à calculer les coefficients d'un polynôme dont le degré est choisi selon le besoin. Un degré élevé nécessite d'avantage de simulations mais permet de mieux reproduire les non linéarités de la réponse sur tout le domaine.

L'approximation du modèle au degré 3 est la somme des termes suivants :

$$\hat{\phi}(\mathbf{x}) = a_0
+ \sum_{m=1}^{M} a_m x_m + \sum_{i=m}^{M} \sum_{n\geq m}^{M} a_{mn} x_m x_n
+ \sum_{m=1}^{M} a_{m^2} x_m^2 + \sum_{i=m}^{M} \sum_{n\neq m}^{M} a_{m^2 n} x_m^2 x_n + \sum_{i=m}^{M} \sum_{n\geq m}^{M} \sum_{p\geq n}^{M} a_{mnp} x_m x_n x_p
+ \sum_{m=1}^{M} a_{m^3} x_m^3$$
(B-1)

La première ligne de l'équation (B-1) est le terme constant du développement limité représente aussi la moyenne de la grandeur d'intérêt sur le domaine. La 2^e ligne correspond à un modèle linéaire avec interactions d'ordre 1. La première somme constitue la combinaison linéaire des facteurs du plan. La seconde rassemble des coefficients a_{mn} supplémentaires pour représenter la part de couplage qu'il peut exister entre les facteurs. A l'ajout de la 3^e ligne, il s'agit d'un méta-modèle quadratique avec interactions de degré 2. Il existe aussi les méta-modèles purement quadratiques, c'est-à-dire sans les termes d'interaction, mais ils sont moins fiables pour un comportement de la réponse complexe. La dernière ligne de l'équation (B-1) permet l'accès au méta-modèle cubique sans les interactions de degré 3. Ces interactions sont négligées car trop lourde à traiter pour la faible précision qu'elles constituent.

Le méta-modèle doit livrer une valeur de ce polynôme la plus proche possible des résultats des simulations pour chaque cas du plan d'expériences. Identifier un méta-modèle revient donc à résoudre une équation matricielle de la forme :

$$XA = Y (B-2)$$

Où X correspond à la matrice d'essais construite à l'aide des facteurs et différentes interactions considérées suivant l'ordre du méta-modèle ; A est la liste des coefficients du méta-modèle à identifier et enfin Y est le vecteur résultat issu des N simulations numériques ABAQUS, soit la surface de réponse à caractériser. La matrice X est construite de la façon suivante :

$$\mathbf{X} = \begin{pmatrix} x_1^{(1)} & x_2^{(1)} & \dots & x_1 x_2^{(1)} & \dots & x_1^{(1)^2} & \dots & x_M^{(1)^3} \\ x_1^{(1)} & x_2^{(2)} & \dots & x_1 x_2^{(2)} & \dots & x_1^{(2)^2} & \dots & x_M^{(2)^3} \\ & & & \vdots & & & \\ x_1^{(N)} & x_2^{(N)} & \dots & x_1 x_2^{(N)} & \dots & x_1^{(N)^2} & \dots & x_M^{(N)^3} \end{pmatrix}$$
(B-3)

Les vecteurs A et Y s'écrivent :

$$\mathbf{A} = \begin{pmatrix} a_0 & a_1 & a_2 & \dots & a_{12} & \dots & a_{1^2} & \dots & a_{M^3} \end{pmatrix}^T$$

$$\mathbf{Y} = \begin{pmatrix} y^{(1)} & y^{(2)} & \dots & y^{(N)} \end{pmatrix}^T$$
(B-4)

L'équation est résolue par régression linéaire au sens des moindres carrés dans MATLAB. En d'autres termes, la grandeur $||XA-B||^2$ est minimisée par itérations successives sur ${\bf A}$.

Un indicateur est utilisé pour mesurer la qualité de l'approximation du méta-modèle, noté \mathbb{R}^2 :

$$R^{2} = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{N} \left(y_{i} - \hat{\phi} \left(\mathbf{x}^{(i)} \right) \right)^{2}}{\sum_{i=1}^{N} \left(y_{i} - \bar{y} \right)^{2}}$$
 (B-5)

avec \bar{y} la moyenne des réponses du plan d'expériences :

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} y_i \tag{B-6}$$

C'est le même indicateur que celui utilisé dans le chapitre matériau pour rendre compte de la qualité de recalage des courbes expérimentales. Plus cet indicateur est proche de 1 et plus le méta-modèle polynomial est proche du comportement de l'assemblage en simulation.

Les coefficients du polynôme du méta-modèle n'indiquent cependant pas la sensibilité de la réponse aux variations des entrées. Les grandeurs des coefficients sont davantage en rapport avec la nature de la variable en vis-à-vis. Un coefficient élevé ne signifie pas obligatoirement que la réponse va fortement varier avec ce paramètre.

Or il est nécessaire de mesurer l'influence de chaque paramètre et de déterminer le facteur qui est susceptible de piloter le comportement en fatigue de l'assemblage collé.

B.3.3 Sensibilité basée sur la variance

Les analyses de sensibilité nécessitent un nombre important d'échantillons. La sensibilité d'un système, ici le taux de restitution d'énergie d'une fissure à l'interface de la MIC issu d'une simulation ABAQUS, est la part d'incertitude de sa sortie engendrée par ses paramètres d'entrée. Une analyse de sensibilité remplit différents objectifs :

- Vérifier si le système est robuste face à l'incertitude de ses paramètres.
- Améliorer la compréhension du système et notamment le couplage des facteurs.

- Identifier quels sont les paramètres influents du système et les hiérarchiser.
- Résoudre des problèmes d'optimisation à partir de la réponse en sortie.

La méthode utilisée ici est basée sur la variance. C'est la plus populaire des méthodes d'analyse de sensibilité car elle est globale : elle permet le test de tout le domaine de variation des paramètres [84], [85].

L'analyse de sensibilité basée sur la variance est une méthode probabiliste qui nécessite un tirage aléatoire des valeurs d'entrée. Plus le nombre d'échantillons est élevé et plus l'estimateur est représentatif. C'est pourquoi ce n'est pas le modèle aux éléments finis ABAQUS qui fait l'objet de l'étude de sensibilité, mais bien le méta-modèle polynomial identifié à partir des résultats des simulations. D'autres méthodes plus directes consistent à utiliser le chaos polynomial à la place des méta-modèles précédents [86], [87]. Bien qu'elles soient très performantes, leur mise en œuvre est plus délicate. C'est pourquoi l'analyse de sensibilité est réalisée sur des méta-modèles de degré 2 ou 3 seulement.

Tout système à entrées aléatoires possède une sortie qui peut s'exprimer par :

$$y = \hat{\phi}(\mathbf{x}) \tag{B-7}$$

Où y est la surface de réponse aléatoire, $\hat{\phi}$ est un polynôme en fonction des variables d'entrée regroupées dans le vecteur \mathbf{x} . C'est un système mathématique simple qui peut être évalué un grand nombre de fois très rapidement.

L'espérance de la sortie, et plus généralement, d'une variable aléatoire est la valeur attendue en moyenne lorsque qu'elle est tirée un certain nombre de fois. Notée E, elle correspond à la moyenne des valeurs prises par cette variable. Pour un tirage aléatoire fini :

$$E(y) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} y_i$$
 (B-8)

La variance d'une grandeur est par définition la moyenne des carrés des écarts à sa moyenne définie par :

$$V(y) = E(y - E(y))^2$$
 (B-9)

Pour un tirage fini, cela se traduit par :

$$V(y) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} (y_i - m)^2$$
(B-10)

Où m est la moyenne de y.

Il est aussi possible de définir une moyenne et une variance conditionnelles de la réponse y relativement à une entrée. Ainsi la notation $E(y|x_i)$ correspond à la moyenne de la sortie pour un tirage aléatoire de l'entrée x_i seulement, idem $V(y|x_i)$ pour la variance.

L'analyse de sensibilité basée sur la variance invoque 2 principes mathématiques. Tout d'abord, selon Weiss, la variance totale d'un système peut être décomposée de la façon suivante :

$$V(y) = V(E(y|x_i)) + E(V(y|x_i))$$
 (B-11)

L'autre théorème découle de la loi forte des grands nombres et traite de la décomposition du modèle en une combinaison de fonctions de distribution telle que :

$$y = f(\mathbf{x})$$

$$y = f_0 + \sum_{i=1}^{n} f_i(x_i) + \sum_{1 \le i \le j}^{n} f_{ij}(x_i, x_j) + \dots$$
(B-12)

Οù

$$f_0 = E(y)
f_i(x_i) = E(y|x_i) - E(y)
f_{ij}(x_i, x_j) = E(y|x_i, x_j) - E(y|x_i) - E(y|x_j) - E(y)$$
(B-13)

 $f_{ij}(x_i, x_j)$ est une fonction aléatoire conditionnelle sur x_i et x_j , elle décrit les interactions de premier ordre des paramètres d'entrées deux à deux. Les interactions d'ordre trois sont négligées dans cette partie.

Le principe d'une analyse de sensibilité basée sur la variance réside dans l'évaluation de la chute de la variance de la réponse lorsqu'un paramètre d'entrée est conservé constant. C'est-à-dire calculer la moyenne suivante :

$$E(V(y) - V(y|x_i)) = V(y) - E(V(y|x_i))$$
 (B-14)

Or d'après l'équation (B-11):

$$V(y) - E(V(y|x_i)) = V(E(y|x_i)) = V_i$$
 (B-15)

De la même façon, la variance du système peut être elle-aussi décomposée d'après Sobol :

$$V(y) = \sum_{i=1}^{n} V_i + \sum_{i< j}^{n} V_{ij} + \dots$$
(B-16)

Οù

$$V_i = V(E(y|x_i))$$

 $V_{ij} = V(E(y|x_i, x_j)) - V_i - V_j$
(B-17)

L'indice de sensibilité de premier ordre, dit indice de Sobol [84], est normalisé par rapport à la variance totale du système :

$$S_i = \frac{V_i}{V(y)} \tag{B-18}$$

Il existe aussi une quantité intéressante définie par :

$$V_{Ti} = V(y) - V(E(y|\sim x_i))$$
 (B-19)

Elle correspond à la chute de la variance de la réponse du système due à toutes les entrées sauf le paramètre x_i . Cela peut servir à juger de l'influence de l'ensemble des interactions dans lesquelles est impliqué le paramètre x_i .

L'indicateur normalisé correspondant est l'indice total :

$$S_{Ti} = \frac{V_{Ti}}{V(y)} \tag{B-20}$$

Calculer ces valeurs reste compliqué. Un grand nombre de tirages de Monte Carlo est nécessaire pour identifier les fonctions de distribution aléatoires $f_i(x_i)$. En reprenant la définition de la variance de l'équation (B-9) :

$$V_{i} = V(E(y|x_{i}))$$

$$= E(E(y|x_{i}) - E(E(y|x_{i})))^{2}$$

$$= E(E(y|x_{i})^{2}) - E(y)^{2}$$

$$= U_{i} - f_{0}^{2}$$
(B-21)

Sobol propose alors d'estimer le terme U_i par le calcul d'une espérance classique sur le carré de y mais en tenant compte de la condition sur x_i à chaque appel de la fonction. Cela revient par la méthode de Monte Carlo à calculer pour n tirages :

$$U_i = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^{N} f(x_1^{(1)}, x_2^{(1)}, \cdots, x_i^{(1)}, \cdots, x_M^{(1)}) f(x_1^{(2)}, x_2^{(2)}, \cdots, x_i^{(1)}, \cdots, x_M^{(2)})$$
(B-22)

Le second terme peut être calculé de la façon suivante :

$$f_0^2 = f_0^{(1)} f_0^{(2)} \tag{B-23}$$

Pour plus d'efficacité, l'échantillonnage stratifié en Hypercube Latin est repris dans ce qui suit pour les tirages $\mathbf{x}^{(1)}$ et $\mathbf{x}^{(2)}$.

Deux matrices d'essais aléatoires notés A et B de dimensions MxN. Les M lignes correspondent aux échantillons tirés aléatoirement pour chaque paramètre d'entrée rangés en N colonnes. Le calcul de l'estimateur de Sobol fait intervenir :

$$S_{i} = \frac{V_{i}}{V(y)}$$

$$= \frac{U_{i} - f_{0}^{2}}{V(y)}$$

$$= \frac{\frac{1}{N} \sum_{k=1}^{N} y_{k}^{(B)} \left(y_{k}^{(ABi)} - y_{k}^{(A)}\right)}{\frac{1}{N} \sum_{k=1}^{N} y_{k}^{(A)^{2}} - f_{0}^{(A)^{2}}}$$
(B-24)

Ensuite, les indices totaux sont calculés à partir des mêmes tirages de Monte Carlo en utilisant l'approximation sur l'espérance conditionnelle suivante :

$$U_{\sim i} = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^{N} f(x_1^{(1)}, x_2^{(1)}, \cdots, x_i^{(1)}, \cdots, x_M^{(1)}) f(x_1^{(1)}, x_2^{(1)}, \cdots, x_i^{(2)}, \cdots, x_M^{(1)})$$
 (B-25)

Puis pour le calcul de l'estimateur :

$$S_{Ti} = \frac{V_{Ti}}{V(y)}$$

$$= 1 - \frac{U_{\sim i} - f_0^2}{V(y)}$$

$$= \frac{\frac{1}{2N} \sum_{k=1}^{N} \left(y_k^{(A)} - y_k^{(ABi)}\right)^2}{\frac{1}{N} \sum_{k=1}^{N} y_k^{(A)^2} - f_0^{(A)^2}}$$
(B-26)

Cette méthode est intéressante pour son implémentation relativement rapide. Elle a l'inconvénient de faire intervenir un grand nombre d'évaluations du modèle : 2N pour 2 jeux d'échantillons. En pratique une taille d'échantillon de 10000 est suffisante pour évaluer la sensibilité d'une réponse avec une dizaine de variables en entrée.

Pour simplifier les calculs, l'analyse est réalisée sur un méta modèle du second degré, bien que le degré 3 soit la précision recommandée dans l'utilisation du modèle. Seules les interactions du premier ordre sont donc intégrées dans l'étude.

Une vérification rapide de la qualité de l'analyse de sensibilité est possible à l'aide de la somme des indices qui vérifie la condition suivante :

$$\sum_{i=1}^{M} S_i + \sum_{i< j}^{M} S_{ij} + \dots = 1$$
 (B-27)

Si la somme des indices de Sobol de premier ordre est proche de 1 alors l'influence des interactions est négligeable. Dans le cas où elle est supérieure à 1, l'estimation n'est pas bonne à cause d'un tirage de Monte Carlo trop réducteur.

B.3.4 Méta-modèles réalisés

<u>Géométrie</u>

La première étude paramétrique porte sur les paramètres géométriques du collage. Un plan de simulations est défini aléatoirement en hypercube latin. Toutes les combinaisons sont répertoriées par simulation en Figure B-9.

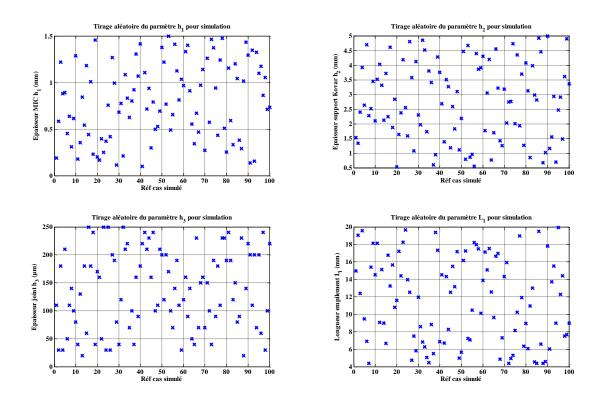


Figure B-9 : Définition des 100 cas à simuler dans le plan numérique géométrique

L'étude complète prend 2.5 jours à un seul cœur à cause de la méthode VCCT d'ABAQUS qui ne permet pas de paralléliser le calcul. Plusieurs surfaces de réponse peuvent être extraites de cette campagne. Le taux de restitution d'énergie maximum en zone critique sur une distribution aléatoire de micro-délaminages constitue la surface de réponse à traiter.

A noter, la taille de maille du joint est conservée constante égale à $10\mu m$. Il est préférable d'avoir un nombre différents d'éléments dans le joint en fonction de son épaisseur plutôt que de travailler avec différentes tailles de mailles.

La surface de réponse extraite des simulations sert à la résolution matricielle de l'équation (B-2). Le nombre de coefficients à identifier dépend de l'ordre du méta-modèle considéré et du nombre d'interactions pour approcher au mieux la surface de réponse. Le Tableau B-1 liste les coefficients du méta-modèle de degré 3 avec interactions qui approche la réponse avec un coefficient de corrélation $R^2=0.94$. Pour plus de lisibilité, les coefficients du polynôme $a_1,a_2,...,a_4^3$ sont indicés d'après la définition polynomiale par la combinaison des chiffres de 1 à 4 qui correspondent aux paramètres du plan x_1 pour l'épaisseur de MIC h_1 ; x_2 pour l'épaisseur de Kovar h_2 ; x_3 pour l'épaisseur de joint h_3 ; x_4 pour la longueur d'empilement L. a_0 est une constante égale à la moyenne des réponses du plan.

Tableau B-1 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique géométrique

Moy	Moyenne		Coeff de premier ordre		Interactions d'ordre 1		Coeff de degré 2		Interactions d'ordre 2		Coeff de degré 3	
a_0	-1.57	a_1	-1.23E+03	a_{12}	2.07E+05	a_{1^2}	4.19E+05	a_{123}	-2.94E+08	a_{1} 3	-1.93E+08	
		a_2	-6.55E+01	a_{13}	2.17E+06	a_{2^2}	2.08E+05	a_{124}	-1.91E+07	a_2 3	-1.90E+07	
		a_3	3.67E+04	a_{14}	-3.45E+04	a_{3^2}	-2.05E+08	a_{134}	5.70E+08	a_3 3	4.32E+11	
		a_4	2.67E+02	a_{23}	-4.95E+06	a_{4^2}	-6.40E+03	a_{234}	1.61E+08	a_4 3	1.15E+05	
				a_{24}	-6.87E+04			a_{12^2}	7.16E+05			
				a_{34}	-1.01E+06			a_{13^2}	-3.60E+10			
								a_{14^2}	-2.45E+06			
								a_{21^2}	4.79E+07			
								a_{23^2}	1.36E+10			
								a_{24^2}	4.89E+06			
								a_{31^2}	1.45E+09			
								a_{32^2}	-3.50E+07			
								a_{34^2}	-7.50E+07			
								a_{412}	1.90E+07			
								a_{42^2}	-3.98E+06			
								a_{43^2}	5.04E+09			

Conditions thermiques

L'étude paramétrique sur les conditions de cyclage thermique est réalisée de la même manière que la précédente. La seule différence se trouve dans le nombre de paramètres impliqués égal à 3. Un tirage aléatoire de 100 cas à simuler permet de recaler un méta-modèle cubique.

Le Tableau B-2 liste les coefficients du méta-modèle de degré 3 avec interactions qui approche la réponse avec un coefficient de corrélation $R^2=0.80$. Pour plus de lisibilité, les coefficients du polynôme $a_1,a_2,...,a_3^3$ sont indicés d'après la définition polynomiale par la combinaison des chiffres 1 à 3 qui correspondent aux paramètres du plan x_1 pour la température maximale T_{max} ; x_2 pour la température minimale T_{min} ; x_3 pour le temps de palier $\Delta t.$ a_0 est une constante égale à la moyenne des réponses du plan.

Tableau B-2 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique thermique

N	Movenne		Coeff de emier ordre	Interactions d'ordre 1		Coeff de degré 2		Interactions d'ordre 2		Coeff de degré 3	
a_0	5.02E-01	a_1	-1.6E-02	a_{12}	7.45E-06	a_{1^2}	1.68E-04	a_{123}	-2.53E-09	a_{1} 3	-4.56E-07
		a_2	-6.35E-04	a_{13}	4.34E-06	a_{2^2}	-3.77E-05	a_{12^2}	3.21E-07	a_{2} 3	1.02E-07
		a_3	-7.18E-05	a_{23}	-1.15E-06	a_{3^2}	-3.63E-09	a_{13^2}	-8.96E-11	a_{3} 3	-1.28E-13
								a_{21^2}	-4.79E-08		
								a_{23^2}	-2.21E-10		
								a_{31^2}	-2.97E-08		
								a_{32^2}	-1.02E-09		

Distribution des défauts

Il est nécessaire de prendre des précautions lors de la définition des paramètres de distribution de défauts et pour le tirage aléatoire. En effet, les paramètres touchent de près à la modélisation du joint de colle et aux limites géométriques qu'impose le maillage. Ainsi, certaines concentrations de défauts, ou encore deux porosités trop proches peut poser problème en termes de nombres d'éléments. L'étude a été construite de façon à conserver des configurations de joint poreux modélisables.

Le Tableau B-3 liste les coefficients du méta-modèle de degré 3 avec interactions qui approche la réponse avec un coefficient de corrélation $R^2=0.88$. Pour plus de lisibilité, les coefficients du polynôme $a_1,a_2,...,a_3^3$ sont indicés d'après la définition polynomiale par la combinaison des chiffres 1 à 3 qui correspondent aux paramètres du plan x_1 pour la concentration de manques C; x_2 pour la largeur des manques l; x_3 pour l'écart entre deux manques e. a_0 est une constante égale à la moyenne des réponses du plan.

Tableau B-3 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique sur la distribution de défauts

Moy	Moyenne Coeff de premier ordre		Interactions d'ordre 1		Coeff de degré 2		Interactions d'ordre 2		Coeff de degré 3		
a_0	-6.21	a_1	3.88E+01	a_{12}	-6.75E+04	a_{1^2}	3.88E+01	a_{123}	2.05E+08	a_{1} 3	-3.00E+01
		a_2	-1.11E+04	a_{13}	-5.07E+05	a_{2^2}	3.79E+07	a_{12^2}	2.69E+07	a_{2^3}	-9.24E+09
		a_3	2.52E+05	a_{23}	-1.54E+08	a_{3^2}	-2.08E+09	a_{13^2}	2.48E+09	a_3 3	0
								a_{21^2}	4.37E+03		
								a_{23^2}	2.96E+12		
								a_{31^2}	-3.05E+04		
								a_{32^2}	-3.03E+11		

Conditions de flexion 3 points

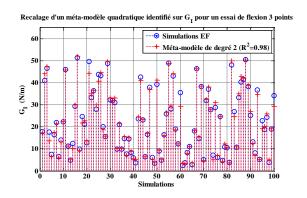
La caractérisation de l'essai de flexion 3 points a montré un scénario d'amorçage différent de l'essai thermique en étuve. De plus, la caractérisation en fatigue de l'assemblage sollicité en flexion est réalisée à température ambiante. Il n'est donc pas possible pour le moment d'établir une équivalence entre l'essai mécanique et l'essai thermique. Cependant, dans le but de proposer des pistes d'investigation, une étude paramétrique est réalisée sur les conditions d'essais.

Le Tableau B-4 liste les coefficients du méta-modèle de degré 3 avec interactions qui approche la réponse avec un coefficient de corrélation $R^2=0.99$ (cf. Figure B-10). Pour plus de lisibilité, les coefficients du polynôme $a_1,a_2,...,a_3^3$ sont indicés d'après la définition polynomiale par la combinaison des chiffres 1 à 3 qui correspondent aux paramètres du plan x_1 pour la température isotherme de la simulation T_{iso} ; x_2 pour la force F; x_3 pour le temps de la rampe Δt . a_0 est une constante égale à la moyenne des réponses du plan.

Tableau B-4 : Valeurs des coefficients du méta modèle cubique sur l'essai de flexion 3 points

M	Moyenne Coeff de premi		•	Interactions d'ordre 1		Coeff de degré 2		Interactions d'ordre 2		Coeff de degré 3	
a_0	2.81	a_1	-1.34E-02	a_{12}	4.82E-05	a_{1^2}	-1.11E-04	a_{123}	1.59E-08	a_{1} 3	-1.63E-06
		a_2	5.19E-03	a_{13}	5.31E-05	a_{2^2}	1.65E-05	a_{12^2}	-4.00E-08	a_{2^3}	-1.77E-09
		a_3	-5.56E-03	a_{23}	-4.88E-06	a_{3^2}	9.05E-06	a_{13^2}	-8.28E-08	a_{3}	-1.21E-09
								a_{21^2}	1.16E-07		
								a_{23^2}	-4.65E-09		
								a_{31^2}	4.42E-07		
								a_{32^2}	7.30E-09		

Le niveau de corrélation atteint peut s'expliquer par deux observations. L'extraction du G_I est faite en fonction du scénario d'amorçage retenu pour l'essai de flexion, à savoir l'initiation de la propagation de fissure ouverte sur le bord de l'assemblage. Le niveau est bien plus élevé pour ce défaut au voisinage du point singulier en mode I que dans le cas d'un essai thermique, ce qui facilite le recalage du méta-modèle. Ensuite les paramètres testés dans cette analyse sont de nature très différente. Leurs effets respectifs sont plus facilement modélisables à l'aide du méta-modèle cubique en comparaison d'un ensemble de paramètres thermiques par exemple directement en lien avec le comportement du matériau.



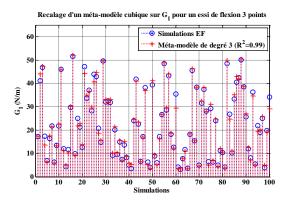


Figure B-10 : Recalage satisfaisant des taux de restitution d'énergie en mode I prélevés sur une fissure en fonction des conditions d'essai de flexion 3 points

L'analyse de sensibilité effectuée sur ce méta-modèle abouti aux résultats en Figure B-11. Le résultat est clair. L'amplitude d'effort alterné est le facteur qui détermine le niveau de G_I . L'influence des autres paramètres sur la réponse est moindre.

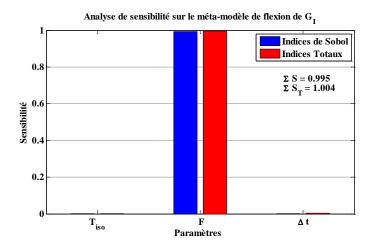


Figure B-11 : Indices de sensibilité des paramètres de l'essai de flexion 3 points

Cela justifie davantage le choix de cet essai qui permet de cycler beaucoup plus rapidement qu'en étuve sans pour cela avoir une influence importante sur le niveau de chargement de l'interface du composant. Ce résultat est cependant à prendre avec précaution. La tenue à froid de l'adhésif à l'interface n'a pas été caractérisée et n'est donc pas pris en compte dans cette étude. Il convient de compléter ces travaux en tenant compte de la fragilité de l'interface à froid pour mesurer toute l'importante de la température d'essai. Même si elle n'a pas une forte influence sur le chargement en mode I (génération de contraintes résiduelles seulement), elle peut avoir un impact important sur la tenue en fatigue.

B.4. Contrôles MAB du plan d'expériences 2

Une analyse par Microscopie Acoustique à Balayage est réalisée à l'instant initial et à chaque prélèvement du plan d'expériences 2. Les tableaux ci-dessous présentent dans l'ordre le MAB de référence et ceux réalisés après 100, 200 et 400 chocs thermiques. Les traitements d'images des

différences de contraste entre deux C-scans MAB sont présentés à la suite d'abord en rouge puis en vert.

Tableau B-5 : Analyse du cas A (12x12mm² / 100µm / Motif avec manques)

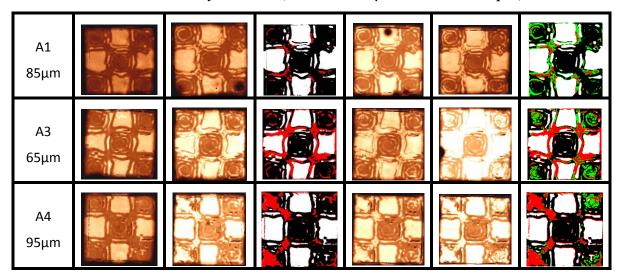


Tableau B-6 : Analyse du cas B $(12x12mm^2/100\mu m/Motif plein)$

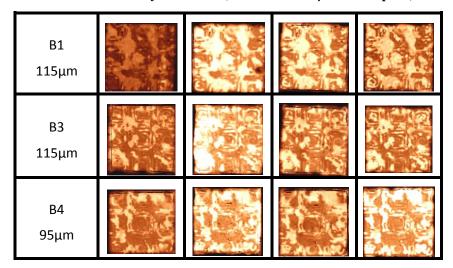


Tableau B-7 : Analyse du cas C (12x12mm² / 200 μ m / Motif avec manques)

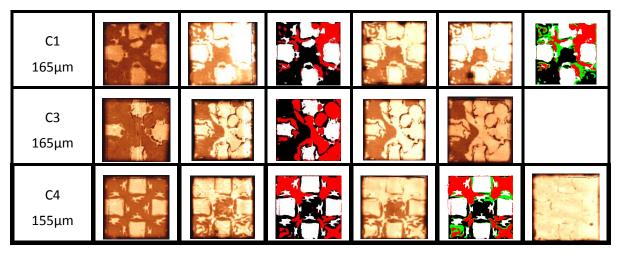


Tableau B-8 : Analyse du cas D $(12x12mm^2 / 200\mu m / Motif plein)$

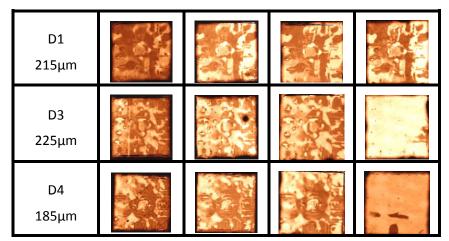


Tableau B-9 : Analyse du cas E (24x24mm² / 100µm / Motif avec manques)

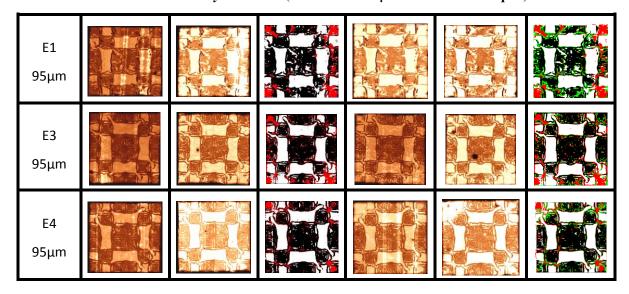


Tableau B-10 : Analyse du cas F ($24x24mm^2/100\mu m/Motif plein$)

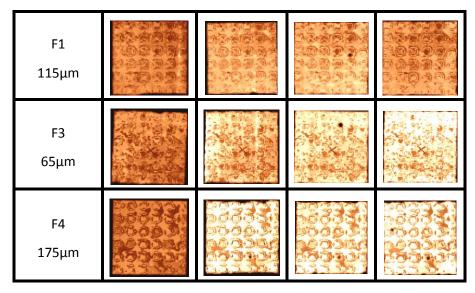


Tableau B-11 : Analyse du cas G (24x24mm² / 200µm / Motif avec manques)

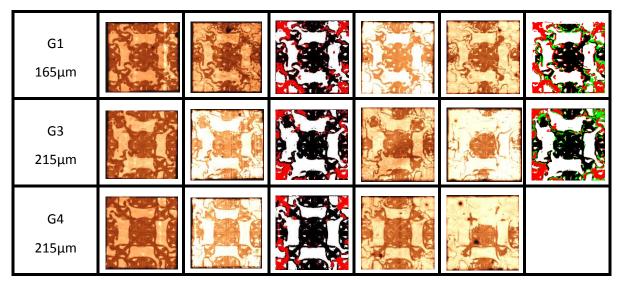


Tableau B-12 : Analyse du cas H (24x24mm² / 100 μ m / Motif plein)

H1 235μm	6.046 Color (0.000)	
Η3 245μm		
H4 265μm		

Résumé

Les travaux réalisés traitent de la caractérisation en fatigue thermique et mécanique d'assemblages collés par colle conductrice isotrope. Issu du domaine des circuits électroniques radio fréquences à applications spatiales, l'empilement type considéré dans l'étude est constitué d'un carré d'alumine reporté de manière automatique sur un support en Kovar. L'adhésif est à base d'époxyde chargé de microparticules d'argent pour la conduction électrique et thermique du report. Les surfaces de collage de l'alumine sont polies-rectifiées et dorées pour favoriser les fonctions RF, au détriment de la tenue du collage.

L'objectif principal est l'identification des mécanismes de fatigue de l'assemblage face aux sollicitations thermiques subies pendant des essais de qualification thermiques réalisés au sol, qui se veulent représentatives de celles subies en orbite pendant toute la durée de la mission. Deux axes de recherche sont privilégiés dans cette étude. D'une part, le comportement du matériau adhésif est caractérisé par des essais de fluage et des essais cyclés réalisés sur des éprouvettes de colle. Le modèle viscoplastique Two-Layers est retenu et implémenté dans un modèle éléments finis de l'assemblage. La tenue de la colle aux interfaces constitue une seconde approche de caractérisation. Une faible tenue en mode I est constatée à l'issue d'une campagne DCB.

D'autre part, deux plans d'expériences portant sur la géométrie et les conditions de report des assemblages sont réalisés en parallèle d'une étude paramétrique numérique. Ces deux approches complémentaires permettent de proposer des hypothèses relatives aux mécanismes de fatigue prépondérants au sein de l'assemblage dans son environnement thermique.

La tenue en fatigue des collages s'avère très dépendante du procédé automatique qui insère de nombreux défauts (porosités) à l'interface du composant. Une caractérisation en fatigue par essai mécanique est proposée comme alternative au cyclage thermique lent en étuve. Bien que l'équivalence ne soit pas complète, les résultats présentent de bonnes perspectives pour aider à la caractérisation en fatigue de l'interface entre des composants céramiques et une colle conductrice.

Mots-clés: Fatigue; Cyclage thermique; Adhésif; Assemblage; Colle conductrice isotrope; Composant électronique

Abstract

This subject deals with the fatigue life characterization under thermal and mechanical loads of bonded assemblies with an isotropic conductive adhesive. In the framework of radio frequency electronics for space applications, the stack of study is composed of an alumina square bonded onto a Kovar plate following an automatic process. The adhesive is made of an epoxy based matrix loaded with silver flakes for electrical and thermal conduction. Surfaces of adhesion are polished and coated with gold to improve RF functions despite the reduction of adherence.

The main objective is to identify the fatigue mechanisms taking place in the assembly under thermal cycling due to its orbital environment during the mission and some representative on-ground qualification tests. The study is divided into two parts. First of all, the mechanical behavior of the adhesive is completely characterized by creep and recovery tests and cycling tests performed on bulk specimens. The model of material behavior, called Two-Layers, is identified and implemented in a finite elements model of the whole assembly. The adhesive resistance at the bonding interfaces is also studied. A certain weakness in mode I is observed from a DCB campaign.

Secondly, two designs of experiments on geometry and thermal conditions are performed in parallel of a numerical parametric study. These two complementary approaches allow proposing some hypothesis upon the fatigue mechanisms occurring in the assembly under thermal cycling.

The fatigue resistance of bonded assemblies depends on the automatic bonding process that creates numerous defects at the component interface (as porosities). A fatigue life characterization by the help of a mechanical test is proposed as an alternative to slow thermal cycling in an oven. Although, the equivalence is not entirely proven, results are promising and can help further with the fatigue study of the interface between such ceramic components and a conductive adhesive.

Key words: Fatigue; Thermal cycling; Adhesive; Assembly; Isotropic conductive adhesive; Chip