



# Offre de thèse

**Titre de la thèse :** MICMAC - Monitoring par ImpedanCeMetrie pour le vieillissement d'Assemblage Collé



## Laboratoires d'accueil :

Institut de Recherche en Energie Electrique de Nantes Atlantique (IREENA – UR 4642)

Institut de Recherche en Génie-Civil et Mécanique (GeM – UMR CNRS 6183)

## Description du sujet :

Les assemblages collés sont aujourd’hui une alternative intéressante aux solutions soudées ou boulonnées. Cette méthode d’assemblage multi-matériaux permet, sans altération des substrats (perçage, chauffage ...), de répartir les contraintes permettant ainsi un gain de poids.

Cependant, il existe beaucoup de préjugés sur la fiabilité des collages. Notamment sur la sensibilité aux sollicitations thermo-hydro-mécaniques, limitant leur durabilité. C’est pourquoi il est indispensable de mettre au point des techniques de caractérisation permettant à la fois de certifier la qualité d’un assemblage collé à l’issue des opérations de fabrication, et de contrôler la bonne santé matière de cet assemblage lors d’opérations de suivi en service.

L’identification du champ de teneur en eau est généralement réalisée à partir d’un suivi gravimétrique macroscopique puis calculé à partir d’un modèle mathématique identifié. Récemment, une méthode de mesure par fibre optique de l’indice de réfraction a été mise au point et permet d’estimer la teneur en eau locale. Cette dernière a montré des performances intéressantes mais reste intrusive et nécessite une instrumentation spécifique.

De plus, il est montré dans la littérature la présence d’une couche d’interphase entre la colle et le substrat où l’eau diffuse plus et plus vite accélérant la dégradation de l’assemblage [4,5]. Malgré quelques pistes dans la littérature, la compréhension de l’origine du ou des mécanismes en jeu reste encore assez délicate à cause notamment de la difficulté de suivre le champ de teneur en eau locale.

Dans ce projet, il est proposé une méthode innovante d’identification de la teneur en eau et de son gradient grâce à l’obtention de la cartographie de permittivité complexe de la colle polymère par

spectroscopie d'impédance électro-chimique [1]. Cette cartographie sera obtenue par inversion de modèle à partir de mesures d'impédances électriques entre différentes électrodes judicieusement placées.

La figure 1 résume la démarche proposée. Pour ce faire, plusieurs éléments sont à mettre en œuvre :

- Étude de la littérature (problématique du vieillissement humide des matériaux polymères, méthode de caractérisation de la teneur en eau, méthode de caractérisation par impédancemétrie, modélisation électrostatique).
- Définition du cadre de l'étude (choix des matériaux et de la géométrie, des conditions de vieillissement).
- Détermination de la loi de mélange pour obtenir la permittivité électrique et le facteur de charge en fonction de la teneur en eau [2].
- Développement d'un modèle électrostatique numérique pour l'obtention de la matrice de capacités entre électrodes. Ce modèle pourra s'appuyer sur la méthode des potentiels flottants [3] ou tout autre méthode jugée pertinente à l'issue d'une phase d'étude de la littérature.
- Optimisation des formes et dimensions des électrodes pour augmenter la sensibilité pour différentes lois de diffusion.
- Mise en place d'une procédure d'inversion de modèle.
- Mise en place d'un protocole de mesure expérimentale d'identification du champ de teneur en eau.
- Validation du champ obtenu par d'autre moyen expérimentaux (mesure macroscopique et utilisation de modèle, mesure locale par fibre optique [4-5]).

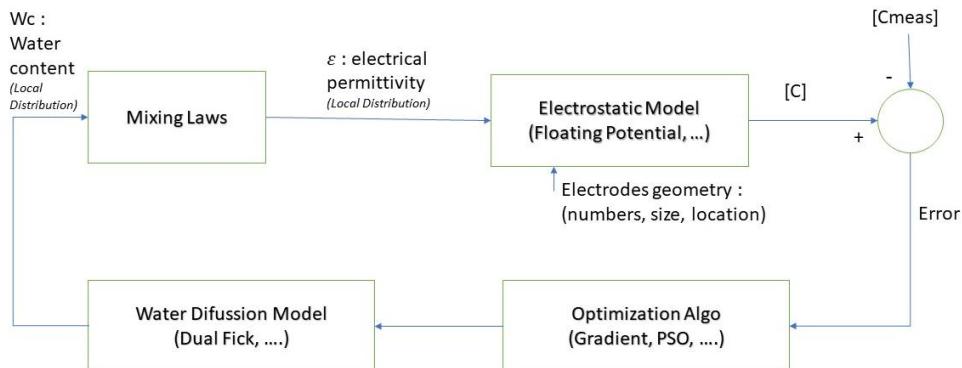


Figure 1 : Démarche proposée

L'originalité du projet porte sur le développement d'une méthode d'identification du champ de teneur en eau au cœur du matériau, non intrusive et sans a priori. Ainsi, le suivi du vieillissement de tous les matériaux en environnement humide ou immersion, notamment ceux en contexte EMR (assemblage collés, isolant de câble sous-marins), pourra être amélioré, et les résultats participeront à l'identification et au développement de nouveaux modèles de diffusion d'eau favorable à une prédiction au plus juste de la durée de vie des matériaux.

La double démarche de modélisation et de mesures est un élément clé de la réussite de ce projet où des premières mesures en environnement parfaitement maîtrisé et simplifié permettront de valider les hypothèses de modélisation. Ensuite, les modèles seront de précieuses aides pour ajuster les protocoles de mesures et s'assurer ainsi de bonnes sensibilités. Ces différentes itérations permettront de définir les limites de validité des résultats.

## Références biblio :

- [1] S. Chevalier, B. Auvity, J. C. Olivier, C. Josset, D. Trichet, M. Machmoum, "Detection of Cells State-of-Health in PEM Fuel Cell Stack Using EIS Measurements Coupled with Multiphysics Modeling", *Fuel Cells journal*, Volume 14, Issue 3, pages 416–429, June 2014
- [2] Sihvola, A. (2000). "Mixing rules with complex dielectric coefficients. Subsurface sensing technologies and applications", 1(4), 393-415.
- [3] Konrad, Adalbert and M. Graovac. (1997) "The floating potential approach to the characterization of capacitive effects in high-speed interconnects." *IEEE Transactions on Magnetics* 33: 1185-1188
- [4] Grangeat, R., Girard, M., Lupi, C., Leduc, D., & Jacquemin, F. (2020). Measurement of the local water content of an epoxy adhesive by fiber optic sensor based on Fresnel reflection. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 141, 106439.
- [5] Grangeat, R., Girard, M., Jacquemin, F., & Lupi, C. (2022). Method of characterizing the interphase's mean water diffusion properties of a bonded assembly in immersion. *The Journal of Adhesion*, 98(3), 207-226.

## **Poste**

Date de prise de poste envisagée : rentrée 2024

Mode de financement : publique (appel à projet région + Weamec)

## **Profil recherché :**

Titulaire d'un M2 recherche ou équivalent dans les domaines matériaux, génie électrique où physique

Un profil pluridisciplinaire dans ces domaines sera particulièrement apprécié.

Appétence à la modélisation et aux pratiques expérimentales

Bon esprit de synthèse et excellent capacité rédactionnelle

Bon niveau en anglais

## **Localisation :**

IUT de Saint-Nazaire / CRTT

(57 rue Michel Ange 44600 Saint-Nazaire ; 37, boulevard de l'université 44600 Saint-Nazaire)

## **Modalité de recrutement :**

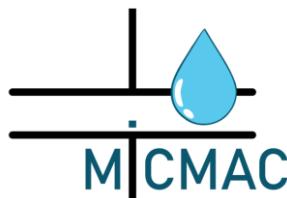
Envoyer sa candidature, comprenant un CV, une lettre de motivation et les notes niveaux M1 et M2, avant le 07/07/2024, aux contacts ci-dessous.

## **Contact et encadrement :**

- Guillaume Wasselynck, IREENA, [guillaume.wasselynck@univ-nantes.fr](mailto:guillaume.wasselynck@univ-nantes.fr)
- Marion Girard, GeM, [marion.girard@univ-nantes.fr](mailto:marion.girard@univ-nantes.fr)
- Salvy Bourguet, IREENA, [salvy.bourguet@univ-nantes.fr](mailto:salvy.bourguet@univ-nantes.fr)

# PhD proposition

**Title of thesis:** MICMAC - Impedancemetric Monitoring of Bonded Assembly Ageing



**Laboratories :**

Institut de Recherche en Energie Electrique de Nantes Atlantique (IREENA – UR 4642)

Institut de Recherche en Génie-Civil et Mécanique (GeM – UMR CNRS 6183)

**Description of the subject:**

Bonded assemblies are now an attractive alternative to welded or bolted solutions. This multi-material assembly method distributes stresses without substrate modification (drilling, heating, etc.), thereby saving weight.

However, there are many preconceptions about the reliability of bonding. In particular, its sensitivity to thermo-hydro-mechanical stresses limits its durability. It is therefore essential to develop characterisation techniques that can be used both to certify the quality of a bonded assembly at the end of the manufacturing process and to check that the assembly is in good material condition during in-service monitoring.

The water content field is generally identified by macroscopic gravimetric monitoring and then calculated using an identified mathematical model. Recently, a method of measuring the refractive index using fibre optics has been developed which allows the local water content to be estimated. This method has shown interesting results, but remains intrusive and requires specific instrumentation.

In addition, the literature shows the presence of an interphase layer between the adhesive and the substrate, where water diffuses more rapidly and accelerates the degradation of the assembly [4,5]. Despite some clues in the literature, understanding the origin of the mechanism(s) involved is still rather difficult, mainly due to the difficulty of tracking the local water content field.

This project proposes an innovative method to identify the water content and its gradient by obtaining a map of the complex permittivity of the polymer adhesive using electrochemical impedance spectroscopy [1]. This water content field will be obtained by model inversion based on electrical impedance measurements between different judiciously placed electrodes.

Figure 1 summarises the proposed approach. It includes a number of elements:

- Literature study (problems of wet ageing of polymeric materials, method of characterisation of water content, method of characterisation by impedance measurement, electrostatic modelling).
- Definition of the experimental framework (choice of materials and geometry, ageing conditions).
- Determine the mixing law to obtain electrical permittivity and charge factor as a function of water content [2].
- Develop a numerical electrostatic model to obtain the inter-electrode capacitance matrix. This model could be based on the floating potential method [3] or any other method deemed relevant after a literature review phase.
- Optimise electrode shapes and dimensions to increase sensitivity to different diffusion laws.
- Implement a model inversion procedure.
- Establish an experimental measurement protocol to determine the water content field.
- Validate the field obtained by other experimental means (macroscopic measurement and use of model, local measurement by optical fibre [4-5]).

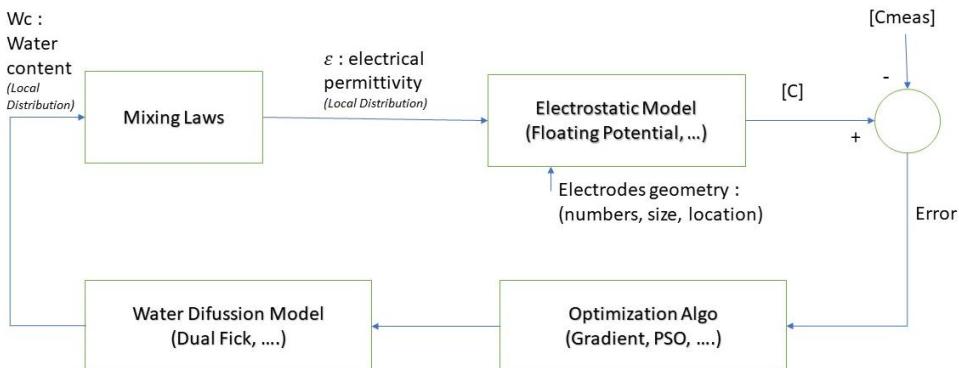


Figure 1 : Methodology

The originality of the project lies in the development of a non-intrusive, unbiased method for identifying the water content field at the heart of the material. In this way it will be possible to improve the ageing monitoring of all materials in a humid or submerged environment, in particular those used in the MRE context (bonded assemblies, submarine cable insulation), and the results will contribute to the identification and development of new water diffusion models that will allow the most accurate prediction of the life of materials.

The dual approach of modelling and measurement is key to the success of this project, where initial measurements in a highly controlled and simplified environment will validate the modelling hypotheses. The models will then be used as an invaluable aid in adjusting the measurement protocols to ensure good sensitivity. These different iterations will help to define the validation limits of the results.

References:

- [1] S. Chevalier, B. Auvity, J. C. Olivier, C. Josset, D. Trichet, M. Machmoum, "Detection of Cells State-of-Health in PEM Fuel Cell Stack Using EIS Measurements Coupled with Multiphysics Modeling", Fuel Cells journal, Volume 14, Issue 3, pages 416–429, June 2014
- [2] Sihvola, A. (2000). "Mixing rules with complex dielectric coefficients. Subsurface sensing technologies and applications", 1(4), 393-415.
- [3] Konrad, Adalbert and M. Graovac. (1997) "The floating potential approach to the characterization of capacitive effects in high-speed interconnects." IEEE Transactions on Magnetics 33: 1185-1188
- [4] Grangeat, R., Girard, M., Lupi, C., Leduc, D., & Jacquemin, F. (2020). Measurement of the local water content of an epoxy adhesive by fiber optic sensor based on Fresnel reflection. Mechanical Systems and Signal Processing, 141, 106439.
- [5] Grangeat, R., Girard, M., Jacquemin, F., & Lupi, C. (2022). Method of characterizing the interphase's mean water diffusion properties of a bonded assembly in immersion. The Journal of Adhesion, 98(3), 207-226.

### **Job**

Planned start date: beginning of academic year 2024

Funding method: Public (regional call for projects + Weamec)

#### **Profile required:**

M2 research degree or equivalent in materials, electrical engineering or physics.

A multidisciplinary profile in these fields will be particularly appreciated.

An aptitude for modelling and experimental practices.

Excellent ability to synthesise information and good writing skills

A good level of English

#### **Location:**

IUT Saint-Nazaire / CRTT

(57 rue Michel Ange 44600 Saint-Nazaire; 37, boulevard de l'université 44600 Saint-Nazaire)

#### **Recruitment procedure:**

Send your application, including CV, covering letter and M1 and M2 grades, to the contacts below by 07/07/2024.

#### **Contact and supervision:**

- Guillaume Wasselynck, IREENA, [guillaume.wasselynck@univ-nantes.fr](mailto:guillaume.wasselynck@univ-nantes.fr)
- Marion Girard, GeM, [marion.girard@univ-nantes.fr](mailto:marion.girard@univ-nantes.fr)
- Salvy Bourguet, IREENA, [salvy.bourguet@univ-nantes.fr](mailto:salvy.bourguet@univ-nantes.fr)