

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



جامعة وهران 2 أحمد محمد بن
Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed
معهد الصيانة و الأمن الصناعي
Institut de maintenance et sécurité industrielle

Département de maintenance en électromécanique

Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de master (selon l'arrêté 1275)

Filière: électromécanique

Spécialité: maintenance industrielle et électromécanique

Thème

**Nouvel procédé pour le renforcement des assemblages collés avec
couvre-joint**

Présenté et soutenu publiquement par :

Delhem khadidja safa

Souak chaimaa

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Établissement	Qualité
Bachir Buiadjra Bachir	MCA	Univ Oran2	Encadrant
Senhadji salima	MCA	Univ Oran 2	Présidente
Adjeloua Abdelaziz	MCA	Univ Oran 2	examinateur
Ramdani Nassim	Ingenieur	Oran impression 3D	Représentant du partenaire économique
Matika Youcef	MCB	Univ Oran 2	Représentant du CATI

Année 2025/2026

Nouvel procédé pour le renforcement des assemblages collés avec couvre-joint

ملخص :

إنّ تطوير مواد بناء وتجميع جديدة يتطلب اليوم حلولاً مستدامة وفعالة تسمح بتثمين الموارد الطبيعية المحلية مع الاستجابة للمتطلبات الميكانيكية الصناعية، وهذا ما شجعنا على اختيار هذا النوع من المشاريع. يتناول هذا الموضوع تطوير عملية لصق جديدة تعتمد على استخدام حشوة تدعيم ذات أصل حيوي مدمجة في المصفوفة ، معالجة فيزيائياً وحرارياً من (Alfa) ولهذا الغرض، نقوم باستخدام جزيئات مستخلصة من بذور نبات الحلفا . اللاصقة كما يتيح استخدام هذه . أجل تحسين الالتصاق، والتماسك، ومقاومة وصلة الغراء للإجهادات الميكانيكية والعوامل البيئية ذات أداء عالٍ في (Composite) المكونات الطبيعية خلق تآزر بين الراتنج والتدعيم النباتي للحصول على مادة مؤلفة عمليات التجميع. وفي ختام هذا العمل، نقوم بإجراء محاكاة عددية وتحليلات تجريبية لتحديد المقادير المثلى للجزيئات وتوصيف السلوك الميكانيكي للوصلة المدعمة، وذلك بهدف ضبط خصائص هذه العملية وفقاً للاحتياجات المحددة للتطبيقات الصناعية المستهدفة.

Résumé :

Le développement de nouveaux matériaux de construction et d'assemblage nécessite aujourd'hui des solutions durables et performantes qui permettent de valoriser les ressources naturelles locales tout en répondant aux exigences mécaniques industrielles, et c'est ce qui nous a encouragé à choisir ce type de projet.

Le sujet concerne l'élaboration d'un nouveau procédé de collage utilisant une charge de renfort biosourcée intégrée dans la matrice adhésive. Pour cela, nous utilisons des particules issues de graines végétales à base d'Alfa (Helfa), traitées physiquement et thermiquement afin d'améliorer l'adhérence, la cohésion et la résistance du joint de colle aux sollicitations mécaniques et aux facteurs environnementaux. L'utilisation de ces constituants naturels permet de créer une synergie entre la résine et le renfort végétal pour obtenir un matériau composite d'assemblage à haute performance.

À la fin de ce travail, nous effectuons des simulations numériques et des analyses expérimentales afin de déterminer les dosages optimaux de particules et de caractériser le

comportement mécanique du joint renforcé, dans le but d'ajuster les propriétés du procédé selon les besoins spécifiques des applications industrielles visées.



Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Allah le Tout-Puissant de m'avoir donné la force, la patience et le courage pour mener à bien ce travail.

Mes sincères remerciements s'adressent à mon encadreur/trice, M. Bouiadjra bachir , pour son accompagnement, ses précieux conseils, sa disponibilité ainsi que son soutien tout au long de la réalisation de ce memoire

J'adresse également mes remerciements aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils portent à ce travail et pour le temps consacré à son évaluation.

Mes remerciements vont aussi à ma famille pour leur soutien moral, leurs encouragements et leur confiance permanente. Enfin, je remercie tous mes amis et collègues qui, de près ou de loin, ont participé à l'élaboration de ce mémoire et m'ont soutenu durant cette période





الاهداء:

(وَأَجْزِ دَعْوَاهُمْ أَنْ الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ)

الحمد لله حبا و شكرا و امتنانا على البدء و الختام
اهدي هذا المشروع لنفسي اولا بعد مسيرة دراسية حملت في طياتها الكثير من
الصعوبات و المشقة و التعب ، ها انا اليوم اقف على عتبة التخرج و ارفع قبعتي
بكل فخر .

الى من علمني ان النجاح لا يأتي الا بالصبر و الاصرار الى من كلل العرق
جبينه ، الا من لا ينفصل اسمي عن اسمه الى من كان لي مصدر الدعم و العطاء ،
الى سندي قوتي من بعد الله الى فخري و اعتزازي " والدي الغالي اطال الله عمره "
الى التي جعل الله الجنة تحت اقدامها ، الى من اضاءت طريقي بدعمها و حبها ،
الى من ضلت دعواتها تضم اسمي الى " امي الغالية "

الى ضلعي الثابت و امان ايامي و عزتي الى اخوتي و اخواتي
كما اتوجه بالشكر و الامتنان للاستاد bachir bouiadjra bachir
الى رفقاء الدرب، الى اصدقائي و صديقاتي الى من
الى من كانوا خير عون في الطريق، تقاسمنا معا ضحكات النجاح و دموع
التعب ،ستبقون في الذاكرة جزءا لا يتجزأ من هذه الحكاية.
دلهم صفاء





إلى نفسي.
إلى تلك الروح التي لم تستسلم رغم الصعوبات، والتي واصلت الطريق بإصرار
وعزيمة، وتحملت التعب والضغط من أجل تحقيق هذا الإنجاز.
إلى كل من كلل العرق جبينه ومن علمني أن النجاح لا يأتي إلا بالصبر والإصرار
إلى النور الذي أنار دربي والسراج الذي لا ينطفئ نوره بقلبي أبدا أبي
الغالي إلى من جعل الجنة تحت أقدامها وسهلت لي الشدائد بدعائها ...
إلى الإنسانية العظيمة التي لطالما تمننت أن تقرأ عينها في يوم كهذا أمي العزيزة
إلى ضلعي الثابت وأمان أيامي
إلى من شددت عضدي بهم فكانوا ينابيع ارتوي منها إلى خيرة أيامي وصفوتها
إلى قرة عيني... أخي الوحيد وسندي اخواتي الغاليات....
لكل من كان عوناً وسنداً في هذا الطريق ... للأصدقاء الأوفياء ورفقاء السنين
لأصحاب الشدائد والأزمات.

وفي الأخير أتقدم بخالص الشكر والتقدير إلى أستاذي المشرف

bachir bouiadjra, bachir

سواق شيماء



SOMMAIRE

Remerciement	3
Dedicace	4
Sommaire	6
Liste des figures	8
1. Introduction générale.....	9
Chapitre1 revue de littérature(état de l’art)	
I.Introduction.....	1
I.2..Mécanisme de dégradation des assemblages collées.....	13
I.2.1 Hydrolyse :.....	13
I.2.2 plastification:	15
I.2.3 contraintes thermo-hygrométriques :	17
I.3.stratégies de protection existantes.....	18
I.3.1 Revêtements barrières:	18
1.Peintures époxy ou polyuréthane:.....	18
2.Vernis ou laques:	19
3.Revêtements hydrophobes:	19
4.Avantages des revêtements:	19
5.inconvénients:	19
I.3.2 primaires:	19
I.3.3 traitement de surface :	20
1.Avantages :	21
2. Inconvénients :	21
I.4.Matériaux de charge (fillers) avancés.....	21
I. 4.1 les types de matériaux de charge avancés.....	22
1 Charges nanoparticules.....	22
2 microsphères	23
3 Nanofibres.....	24
4 Charge 2D.....	25
I.4.2 les propriétés de matériaux de charge avancé.....	30
I.4.2.1barrière à la diffusion.....	30
I.4.2.2renforcement mécanique.....	30
I. 4.2.3 contrôle de coefficient de dilatation thermique.....	31
I.5.adhésifs composites et hybrides.....	32
I. 5.1principe de formulation.....	32
I.5.2 dispersion des charges.....	33
I.5.3 relations structure - propriétés.....	35
Chapitre2 Hypothèses et Objectifs Spécifiques	
II.1.introduction.....	52
II.2.Hypothèse centrale.....	52
II.3.objectifs spécifiques.....	53
II.3.1.1nature des charges.....	53
II.3.1.2morphologie des charges.....	54
II.3.1.3chimie de surface des charges.....	55

II.3.2.1 Développement approfondi de la formulation des adhésifs composites hybrides.....	56
II.3.2.2 Optimisation des protocoles de dispersion des charges dans la matrice polymère.....	57
II.3.2.3 Amélioration de l'interface charge-matrice et stabilisation des adhésifs hybrides Au-delà de la dispersion des charges	57
II.3.3.1 Analyse approfondie de la microstructure des matériaux composites hybrides :	59
II.3.3.2 Étude détaillée des propriétés thermiques :	60
II.3.3.3 Évaluation approfondie des propriétés mécaniques :	61
II.3.3.4 Analyse du comportement hygroscopique et de la sorption d'humidité :	61
II.3.4 Évaluation de la performance et de la durabilité des assemblages collés en conditions environnementales accélérées:	62
1. Analyse approfondie de la performance des assemblages collés soumis au vieillissement hygrothermique:	63
2. Analyse détaillée de la performance des assemblages collés soumis au cyclage thermique :	63
3. Étude approfondie de la durabilité des assemblages collés en vieillissement hygrothermique:	64
4. Analyse approfondie de la durabilité des assemblages collés soumis au cyclage thermique:	65
1 Modèle conceptuel global (microstructure → performance → durabilité):	67
2 Modèle micromécanique des propriétés mécaniques (reformulation développée):	68
3 Modèle de diffusion de l'humidité et impact sur les performances (reformulation développée):	70
4 Modèle de dégradation et estimation de la durée de vie:	71
5 Modèle intégré (microstructure – environnement – durée de vie):	73
chapitre 3 Méthodologie et Moyens Expérimentaux	
III.1-revendication.....	77
III.2-abrègé de l'invention.....	77
III.3-Domaine technique auquel se rapporte l'invention	78
III.4-Etat de la technique antérieure.....	78
III.5-But de l'invention.....	79
III.6-Présentation de l'essence (la substance) de l'invention.....	79
III.7-Mode de réalisation de l'invention.....	80
III.8-Procédé de la fabrication.....	80
Chapitre 4 Résultats et discussion.....	89
Conclusion générale.....	106
PERSPECTIVES.....	109
Références.....	110
ANNEXES	114

Listes de figures :

Figure 1 1 Exemple d'assemblage avec couvre joint

Figure3-1 Fibres d'Alfa broyées

Figure3-2 Traitement par Na Oh

Figure3-3 Série des tamis

Figure3-4 Four électrique a convection

Figure3-5 Machine de post-traitement

Figure3-6 Machine d'essais Servohydrauliques

Figure4-1 effet des additifs sur la durabilité de l'adhésif

Figure4-2 effet du traitement des additifs par l'alcalinisation (l'utilisation de l'hydroxyde de sodium)

Figure4-3 effet du mélange des additifs (formulation)

Figure4-4 effet du l'humidité

Figure4-5 L'effet thermique ou vieillissement accéléré à 70°C pendant 72 heures

Figure4-6 L'effet du vieillissement sous rayonnement ultra-violet

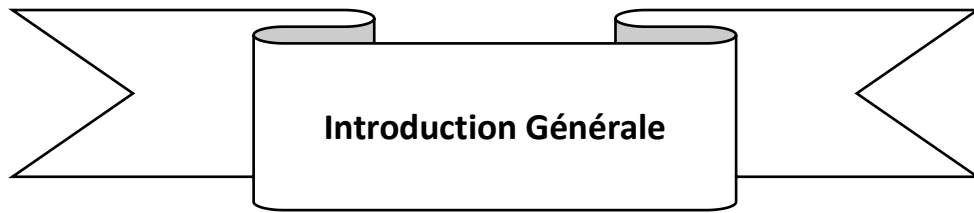
Figure4 -2-1 tableau des données d'entrées et de sortie

Figure4 -2-2 la valeur optimale après 5000 itérations des contraintes max

Figure4- 2-3 formule de la prédiction de la contrainte max

Figure4 -2-4 La contrainte max en fonction de densité du halfa et la densité du l'alumine

Figure A .1 : 'éprouvette ASTM D638 Type V



L'assemblage est une opération qui consiste à lier deux matériaux entre eux pour le rendre solidaires, en faisant appel à différentes technologies adaptées à cet effet.

Les différentes technologies d'assemblages peuvent être distinguées en fonction de leur possibilité de démontabilité ou non, un assemblage temporaire étant également considéré comme un assemblage démontable tandis qu'un assemblage non démontable étant composé d'au moins deux éléments ne pouvant être séparés sans détérioration de l'un de ses deux éléments.

L'assemblage collé représente une technologie d'assemblage avancée largement adoptée dans les structures mécaniques modernes, en particulier dans les domaines aéronautique, automobile et matériaux composites. Cette technique permet d'assurer une continuité structurelle, une réduction significative de la masse et une meilleure répartition des contraintes par rapport aux méthodes d'assemblage mécaniques traditionnelles telles que le rivetage ou le boulonnage.

Néanmoins, les assemblages collés à simple joint de recouvrement présentent un comportement mécanique complexe caractérisé par une distribution non uniforme des contraintes de cisaillement et de pelage le long de l'interface adhésive. Les modèles analytiques développés par Volkersen et améliorés ultérieurement par Goland et Reissner ont démontré l'existence de fortes concentrations de contraintes aux extrémités du joint, responsable de l'initiation et de la propagation des fissures. Ces concentrations sont accentuées par les effets de flexion induits par l'excentricité géométrique du joint.

Par ailleurs, la performance des assemblages collés est fortement influencée par les paramètres environnementaux (température, humidité), le vieillissement physico-chimique de l'adhésif, ainsi que par les propriétés mécaniques des matériaux adhérents. Ces facteurs peuvent entraîner une dégradation progressive de l'interface et une diminution significative de la résistance statique et en fatigue.

Dans ce contexte, l'intégration d'un couvre-joint constitue une solution de renforcement visant à modifier l'état de contrainte au sein du joint.

L'ajout d'un couvre-joint permet d'augmenter la rigidité globale, de réduire les contraintes de pelage et d'améliorer la distribution des efforts de cisaillement. Toutefois, les procédés conventionnels de renforcement restent limités par des considérations géométriques, technologiques et économiques.

Ainsi, le développement d'un nouveau procédé de renforcement des assemblages collés avec couvre-joint nécessite une approche intégrant l'optimisation géométrique, la sélection appropriée des matériaux (métalliques ou composites), ainsi que l'analyse numérique et expérimentale du comportement mécanique. L'objectif principal est d'améliorer la capacité portante, la résistance à la fatigue et la durabilité des assemblages tout en assurant une solution techniquement fiable et industriellement applicable.

Chapitre1
revue de littérature (état de l'art)

Chapitre 1: revue de littérature (état de l'art)**I.1.Introduction :**

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'état de l'art des différentes techniques de renforcements des assemblages collés avec couvre joint. En effet, l'utilisation des assemblages collés s'est largement développée dans plusieurs domaines, notamment le génie civil, l'aéronautique, les structures mécaniques et automobile. En raison de leurs nombreux avantages, tels qu'une répartition homogène des contraintes et réduction des concentrations de contraintes, le collage offre, contrairement aux assemblages mécaniques traditionnels (boulonnage, rivetage), une meilleure distribution des efforts.

Cependant, malgré leurs avantages, les assemblages collés présentent certaines limitations liées à leur sensibilité aux conditions environnementales (humidité, température), aux défauts d'adhésion et aux concentrations de contraintes aux extrémités du joint. Pour pallier ces limites, plusieurs techniques de renforcement ont été développées, dont l'utilisation du **couvre-joint**

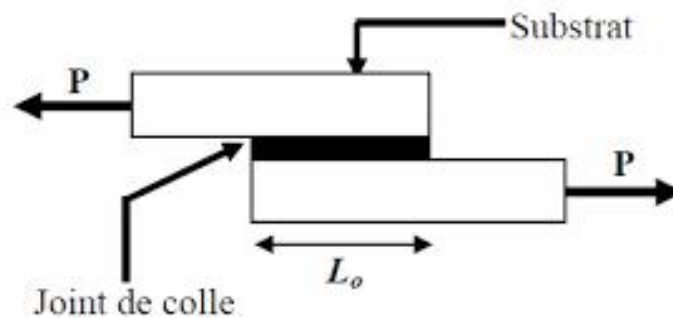


Figure 1-1 : Exemple d'assemblage avec couvre joint

I.2.Mécanismes de dégradation des assemblages collés:

Les mécanismes de dégradation des assemblages collés sont généralement interdépendants et leur interaction influence fortement la durée de vie des structures collées . une compréhension approfondie de ces phénomènes est essentielle pour développer des stratégies d'amélioration de la durabilité , notamment par le choix approprié des adhésifs , la préparation de surface et contrôle des conditions environnementales .

La durabilité des assemblages collés représente un enjeu central dans les applications structurales soumises à des environnements sévères et à des sollicitations mécaniques prolongées. Les études scientifiques montrent que la dégradation des joints collés résulte de phénomènes physiques , chimiques et mécaniques souvent couplés . les principaux mécanismes identifiés sont les effets thermos-hygrométriques, l'hydrolyse et la plastification .

I. 2.1 Hydrolyse :

Au cours des dernières années, les adhésifs structuraux ont connu un essor important dans le domaine des assemblages légers, notamment pour le collage de matériaux hétérogènes tels que les composites à fibres de carbone, les alliages d'aluminium ou de magnésium, ainsi que d'autre métaux . Néanmoins, la durabilité de ces assemblages est fortement affectée par la dégradation environnementale de la couche adhésive, en particulier lors d'exposition prolongées. En effet les conditions combinant chaleur et humidité accélèrent les phénomènes de dégradation et peuvent engendrer une pertes de stabilité mécanique . il devient donc indispensable de caractériser avec précision l'évolution des propriétés des adhésifs afin d'évaluer de manière fiable les performances et la tenue des assemblages collés.

Par ailleurs, de nombreuses recherches ont porté sur l'évaluation des propriétés mécaniques des adhésifs après un vieillissement hygrothermique à l'aide d'approches expérimentales à l'échelle macroscopique. Parmi ces méthodes figurent les mesures gravimétriques , ainsi que les essais mécaniques réalisés sur des adhésifs vieillis et sur des assemblages collés . En complément, des modèles prédictifs ont été développés à partir de ces données expérimentales pour estimer la dégradation de la résistance des assemblages en conditions chaudes et humides. Ces travaux montrent clairement que les facteurs environnementaux, tels que l'humidité et la température, ont un impact significatif sur les performances mécaniques des adhésifs structuraux, et par conséquent sur celles des assemblages. Toutefois, la majorité de

ces études se limite à une analyse macroscopique, laissant encore peu exploré le comportement de dégradation à l'échelle locale (micro/meso), notamment sous l'effet du vieillissement hygrothermique.

I.2.2 plastification:

La plastification est un phénomène physico-chimique caractérisé par un ramollissement du matériau, notamment dans le cas des polymères utilisés comme adhésifs structuraux. Ce phénomène survient généralement sous l'effet de facteurs environnementaux tels que l'humidité (absorption d'eau), l'élévation de la température ou encore la présence d'agents plastifiants.

Sur le plan microscopique, la plastification correspond à une augmentation de la mobilité des chaînes polymériques. En effet, dans leur état initial, les chaînes moléculaires présentent une mobilité limitée en raison des interactions intermoléculaires. L'introduction d'un agent plastifiant, tel que l'eau, perturbe ces interactions en jouant un rôle de « lubrifiant » moléculaire. Il en résulte une réduction des forces de cohésion internes, accompagnée d'une augmentation de la flexibilité des chaînes, ce qui modifie de manière significative les propriétés mécaniques du matériau.

Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de ce phénomène. L'humidité constitue l'un des agents plastifiants les plus courants, en raison de la capacité de l'eau à diffuser au sein du matériau et à affaiblir les liaisons intermoléculaires. Par ailleurs, une élévation de la température favorise l'agitation thermique, ce qui accroît la mobilité des chaînes polymériques. Enfin, certains additifs chimiques, introduits volontairement pour améliorer la souplesse des matériaux, peuvent également induire un effet de plastification.

La plastification entraîne des modifications notables des propriétés mécaniques des adhésifs. Elle se traduit notamment par une diminution du module d'élasticité, une réduction de la résistance mécanique (en traction et en cisaillement), ainsi qu'une augmentation de la ductilité. De plus, elle provoque un abaissement de la température de transition vitreuse (T_g) et une augmentation de la sensibilité au fluage, rendant le matériau plus dépendant du temps sous sollicitation.

Dans le cas des assemblages collés, ce phénomène affecte directement les performances de l'adhésif. En effet, la plastification réduit la capacité de transmission des efforts au sein du joint, modifie la répartition des contraintes et favorise l'apparition de mécanismes de dégradation tels que le décollement ou l'endommagement progressif.

En conclusion, la plastification constitue un phénomène déterminant dans le comportement des adhésifs polymères. Bien qu'elle puisse améliorer la flexibilité du matériau, elle est généralement défavorable à la tenue mécanique à long terme, en particulier dans des environnements humides ou à température élevée, où elle contribue au vieillissement des assemblages collés.

I.2.3 contraintes thermo-hygrométriques :

Bien que le collage présente des avantages considérables par rapport aux méthodes d'assemblage traditionnelles, l'un des principaux défis réside dans le maintien de sa résistance à long terme lorsqu'il est exposé à des environnements agressifs, tels que ceux présentant une humidité élevée ou des températures extrêmes. Avec l'utilisation croissante des matériaux légers modernes dans les véhicules quotidiens, l'industrie du transport s'est montrée de plus en plus intéressée par l'étude du comportement à long terme des assemblages collés, dans le but de développer des véhicules plus durables et plus légers, consommant moins d'énergie et réduisant les émissions polluantes.

L'exposition à l'humidité et aux températures extrêmes constitue l'un des principaux facteurs affectant la résistance des assemblages collés dans les véhicules. Certaines études ont examiné l'effet de chacun de ces facteurs séparément, et des modèles prédictifs ont été développés afin d'aider les ingénieurs à concevoir des assemblages collés fiables, sûrs et performants. Cependant, l'effet combiné de la température et de l'humidité sur les performances des assemblages collés reste encore partiellement compris.

Cette étude vise à fournir une revue exhaustive sur l'influence de la température et de l'humidité sur la dégradation des assemblages collés, en mettant l'accent sur les mécanismes conduisant à la perte de résistance et de performance à long terme.

La chaleur favorise l'accélération des réactions chimiques, ce qui affecte directement les adhésifs utilisés dans les assemblages. Elle peut provoquer l'oxydation des polymères ainsi que la rupture des liaisons chimiques au sein de l'adhésif. Ces transformations entraînent une diminution progressive de la résistance du collage, en particulier dans des environnements humides. L'humidité accentue ces effets en facilitant l'hydrolyse des chaînes polymériques, ce qui conduit à un affaiblissement des propriétés mécaniques de l'assemblage. Par conséquent, l'exposition simultanée à la chaleur et à l'humidité constitue un facteur majeur de vieillissement des adhésifs, compromettant la durabilité et la fiabilité des structures collées.

I.3. stratégies de protection existantes :

Les assemblages collés sont largement utilisés pour leurs performances mécaniques et leur légèreté. Cependant, ils peuvent se dégrader sous l'effet de l'humidité, de la chaleur ou des produits chimiques. Pour préserver leur durabilité, différentes stratégies de protection sont mises en œuvre, notamment **les revêtements barrières, primaires et traitement de surface**. Ces mesures permettent de limiter la pénétration des agents agressifs et de maintenir les propriétés des assemblages.

I.3.1 Revêtements barrières:

L'objectif: empêcher l'eau, l'humidité et les contaminants d'atteindre l'adhésif ou la surface collée.

Il existe plusieurs types de revêtements protecteurs. Selon leurs caractéristiques et leur mode d'action, on peut distinguer :

1. Peintures époxy ou polyuréthane:

Ces revêtements créent une barrière chimique solide qui protège les assemblages contre l'humidité, les produits chimiques et l'oxydation. L'époxy est particulièrement apprécié pour sa résistance mécanique et chimique, tandis que le polyuréthane offre une meilleure élasticité et adhérence sur différents substrats.

2. Vernis ou laques:

Les vernis et laques forment une couche de protection fine mais efficace qui limite l'oxydation des métaux et réduit l'abrasion des surfaces exposées. Ils sont souvent utilisés sur des surfaces esthétiques ou des pièces soumises à un frottement modéré.

3.Revêtements hydrophobes:

Ces revêtements repoussent activement l'eau et réduisent l'absorption d'humidité par les matériaux, limitant ainsi le risque d'hydrolyse des adhésifs. Ils sont particulièrement utiles dans les environnements humides ou exposés à la pluie et aux éclaboussures.

4.Avantages des revêtements:

- Application facile sur de nombreuses surfaces.
- Efficacité immédiate contre l'humidité et certains produits chimiques.
- Flexibilité des choix selon le type de matériau et l'environnement.

5.inconvénients:

- Les revêtements peuvent se fissurer ou se décoller si le substrat subit des déformations ou vieillit.
- L'efficacité dépend de l'épaisseur et de la qualité d'application.
- Certains revêtements peuvent nécessiter un entretien périodique pour conserver leur protection optimale

I.3.2 primaires:

Les primaires représentent une étape clé dans la préparation des surfaces avant assemblage collé. Ils permettent d'optimiser les interactions physico-chimiques entre l'adhésif et le substrat, tout en assurant une protection efficace contre les phénomènes de dégradation tels que l'hydrolyse et la corrosion.

Les primaires assurent plusieurs fonctions essentielles dans les assemblages collés.

Tout d'abord, ils contribuent à améliorer l'adhérence en favorisant les interactions chimiques entre l'adhésif et le substrat, tout en augmentant la mouillabilité de la surface, ce qui permet une meilleure répartition de la colle.

Par ailleurs, ils offrent une protection contre l'humidité en limitant la pénétration de l'eau au niveau de l'interface adhésive, réduisant ainsi les risques de dégradation tels que l'hydrolyse.

Les primaires jouent également un rôle important dans la protection contre la corrosion, notamment pour les substrats métalliques comme l'acier ou l'aluminium, en empêchant les phénomènes d'oxydation sous la couche adhésive.

Enfin, ils participent à la stabilisation de la surface en homogénéisant les propriétés du substrat, ce qui permet d'améliorer la fiabilité et la reproductibilité du procédé de collage.

1.avantages :

- augmente la durée de vie des assemblages.
- améliore la résistance mécanique.
- réduit les dégradations (hydrolyse , plastification).

2.inconvénient :

- nécessite une bonne préparation de surface.
- Application supplémentaire (coût et temps).
- sensible aux conditions d'application (température, humidité)

I.3.3 traitement de surface :

Le traitement de surface constitue une étape fondamentale dans la protection et l'optimisation des performances des assemblages, en particulier des assemblages collés. Il a pour objectif principal d'améliorer l'adhérence entre les substrats, tout en assurant une meilleure résistance aux agressions environnementales tels que l'humidité, la température et les agents chimiques.

Ce traitement permet, dans un premier temps, d'éliminer les contaminants présents à la surface des matériaux, comme les graisses, les poussières ou les oxydes, susceptibles de nuire à la qualité de l'adhésion. Par ailleurs, certaines méthodes, notamment mécaniques, contribuent à augmenter la rugosité de la surface, favorisant ainsi un ancrage mécanique plus efficace de l'adhésif.

Les traitements de surface peuvent être classés en plusieurs catégories. Les traitements mécaniques, tels que le ponçage ou le sablage, visent à modifier la topographie de la surface. Les traitements chimiques, comme le dégraissage ou le décapage, permettent un nettoyage en profondeur et l'élimination des couches indésirables. Les traitements physico-chimiques, tels que le plasma ou la décharge corona, ont pour rôle d'activer la surface en augmentant son énergie superficielle, ce qui améliore la mouillabilité et l'adhésion. Enfin, l'application de revêtements protecteurs ou de primaires d'adhésion contribue à renforcer la liaison entre les matériaux et à protéger l'assemblage contre les phénomènes de dégradation.

Ainsi, un traitement de surface adéquat est indispensable pour garantir la durabilité et la fiabilité des assemblages. À l'inverse, une préparation insuffisante peut entraîner une diminution significative des performances mécaniques et une défaillance prématurée de l'assemblage.

1. Avantages :

- Amélioration de l'adhésion entre les matériaux.
- Augmentation de la durabilité et protection contre l'humidité et la corrosion.
- Nettoyage efficace des surfaces et élimination des contaminants.

2. Inconvénients :

- Coût supplémentaire.
- Nécessité d'équipements spécialisés et de contrôle précis.
- Efficacité réduite en cas de mauvaise application.

3. Matériaux de charge (fillers) avancés:

Les matériaux de charge avancés sont des additifs solides incorporés dans une matrice (polymère, résine ou adhésif) afin d'en améliorer les propriétés. Contrairement aux charges classiques, ils se distinguent par leur structure innovante, souvent à l'échelle nanométrique, et par leur capacité à conférer des fonctions multiples au matériau.

I.4.1 les types de matériaux de charge avancés:

I.4.1.1 Charges nanoparticules:

Les charges nanoparticules représentent une classe avancée d'additifs largement utilisés dans l'élaboration des matériaux polymères, des résines et des adhésifs structuraux. Elles se caractérisent par une taille extrêmement réduite, généralement comprise entre 1 et 100 nanomètres, ce qui leur confère des propriétés physico-chimiques spécifiques, nettement différentes de celles des charges conventionnelles.

D'un point de vue général, une charge nanoparticule peut être définie comme un matériau solide finement dispersé dans une matrice, dans le but d'en améliorer les performances. Grâce à leur échelle nanométrique, ces particules présentent une surface spécifique très élevée, favorisant des interactions interfaciales intenses avec la matrice polymère. Cette forte interaction est à l'origine des améliorations significatives observées, même pour de faibles fractions volumiques.

En raison de leurs performances élevées, les charges nanoparticules sont aujourd'hui utilisées dans de nombreux domaines industriels, notamment dans les matériaux composites, les revêtements protecteurs, les adhésifs structuraux, ainsi que dans les secteurs de l'automobile, de l'aéronautique et de l'électronique.

Parmi les nanoparticules les plus couramment utilisées, on retrouve la silice (SiO_2), les argiles nanométriques (nanoclays), ainsi que des oxydes métalliques tels que ZnO , TiO_2 et Al_2O_3 . Plus récemment, des matériaux plus avancés ont émergé, comme le graphène, reconnu pour ses propriétés mécaniques et électriques exceptionnelles, ainsi que les MXenes, qui constituent une nouvelle famille de matériaux bidimensionnels conducteurs présentant un fort potentiel pour des applications avancées.

En conclusion, les charges nanoparticules constituent une solution technologique avancée permettant d'améliorer de manière significative les propriétés des matériaux. Leur utilisation s'inscrit dans une démarche d'optimisation des performances et de développement de matériaux multifonctionnels adaptés aux exigences croissantes des applications industrielles modernes.

1. Argiles nanométriques (nanoclays):

Les argiles nanométriques, telles que la montmorillonite, appartiennent à la famille des silicates lamellaires et se caractérisent par une structure en feuillets empilés. Ces feuillets peuvent être intercalés ou totalement exfoliés au sein d'une matrice polymère, ce qui favorise une dispersion à l'échelle nanométrique.

En raison de leur structure bidimensionnelle et de leur surface spécifique élevée, ces nanoparticules permettent d'améliorer significativement les propriétés des matériaux. Elles contribuent notamment à l'augmentation de la rigidité et de la résistance mécanique, à l'amélioration des propriétés barrières vis-à-vis des gaz et de l'humidité, ainsi qu'à une meilleure stabilité thermique. Ces caractéristiques expliquent leur utilisation fréquente dans les composites polymères, les revêtements et les matériaux d'emballage.

2. Silice (SiO_2) :

La silice nanométrique constitue l'une des charges les plus couramment utilisées dans les matrices polymères. Elle se présente généralement sous forme amorphe ou colloïdale, avec une granulométrie très fine favorisant une dispersion homogène.

L'incorporation de nanoparticules de silice permet d'améliorer plusieurs propriétés, notamment la résistance mécanique, la dureté et la tenue à l'usure. Elle contribue également à l'augmentation de la stabilité thermique et à l'amélioration de l'adhésion dans les systèmes collés. En raison de sa bonne compatibilité avec de nombreuses matrices, la silice est largement employée dans les résines, les adhésifs et les revêtements.

3. Oxydes métalliques:

Les oxydes métalliques regroupent différentes nanoparticules telles que l'oxyde de zinc (ZnO), le dioxyde de titane (TiO_2) et l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3). Ces matériaux se distinguent par leur caractère multifonctionnel et leurs propriétés spécifiques.

Leur incorporation dans une matrice permet d'améliorer les performances mécaniques et thermiques, tout en apportant des fonctionnalités supplémentaires. Par exemple, certains oxydes métalliques présentent des propriétés antibactériennes (cas du ZnO), tandis que

d'autres assurent une protection efficace contre les rayonnements ultraviolets (cas du TiO_2). Ils contribuent également à renforcer la résistance à l'usure et à la corrosion.

En raison de ces propriétés, les oxydes métalliques sont largement utilisés dans les revêtements protecteurs, les matériaux électroniques et diverses applications industrielles avancées

I.4.1.2 microsphères :

Les microsphères sont des particules de forme sphérique, de taille micrométrique, largement utilisées comme charges dans l'élaboration des matériaux composites, notamment dans les matrices polymériques. Elles peuvent être constituées de différents matériaux, tels que le verre, les polymères ou encore la céramique, et se présentent sous forme pleine ou creuse, cette dernière étant particulièrement recherchée pour sa faible densité.

L'incorporation de microsphères dans une matrice permet de modifier de manière significative les propriétés du matériau final. En effet, elles contribuent à la réduction de la masse volumique, tout en améliorant certaines caractéristiques fonctionnelles, telles que l'isolation thermique et acoustique, la stabilité dimensionnelle, ainsi que la résistance à certaines contraintes environnementales. Par ailleurs, leur forme sphérique favorise une bonne dispersion au sein de la matrice et limite les phénomènes de concentration de contraintes.

Cependant, contrairement aux charges nanométriques, les microsphères présentent une surface spécifique relativement faible, ce qui peut limiter leur interaction avec la matrice et donc leur efficacité en termes de renforcement mécanique. Elles sont ainsi souvent utilisées en combinaison avec d'autres types de charges plus fines afin d'obtenir des matériaux composites à la fois légers, performants et multifonctionnels.

I.4.1.3 Nanofibres:

Les nanofibres sont des fibres de taille extrêmement réduite, dont le diamètre se situe généralement entre 1 et 100 nanomètres (nm). À cette échelle, les matériaux présentent des comportements et des propriétés très différents de ceux observés à l'échelle macroscopique.

Ces fibres peuvent être obtenues à partir de divers matériaux, notamment des polymères, des céramiques, des métaux ou des matériaux composites. Leur fabrication repose principalement

sur des techniques comme l'électrofilage (electrospinning), bien que d'autres procédés de filage ou de synthèse puissent également être utilisés.

En raison de leur dimension nanométrique, les nanofibres se distinguent par une surface spécifique très élevée, une structure poreuse, ainsi qu'un rapport surface/volume important. Ces caractéristiques leur confèrent des propriétés améliorées, telles qu'une meilleure résistance mécanique, une activité chimique accrue et parfois des performances électriques ou optiques particulières.

Grâce à ces propriétés, les nanofibres trouvent de nombreuses applications dans plusieurs domaines. Elles sont largement utilisées dans la filtration de haute performance, où elles permettent de capturer des particules très fines et des polluants. Dans le domaine de la biomédecine, elles servent de supports pour la régénération tissulaire, la cicatrisation et les systèmes de libération contrôlée de médicaments. Elles sont également exploitées dans les textiles techniques pour améliorer les performances des matériaux, ainsi que dans les nanocomposites, où elles renforcent les propriétés mécaniques et fonctionnelles des matrices polymères.

En résumé, les nanofibres constituent une classe de matériaux avancés aux propriétés uniques, offrant un large potentiel d'applications technologiques et scientifiques.

(electrospun nanofibres MDPI (polymers 2021)

I.4.1.4 Charge 2D :

1. MXenes :

Découverts en 2011, les MXenes constituent une famille unique de nanomatériaux bidimensionnels (2D) hydrophiles et conducteurs. Sur le plan structural, ce sont des feuillets 2D de carbures, nitrures ou carbonitrures de métaux de transition. Ils sont dérivés des phases ternaires laminaires $M_{n+1}AX_n$, appelées phases MAX, où « M » est un métal de transition, « A » est un élément des groupes IV à V, et « X » est le carbone et/ou l'azote. L'élimination sélective de la couche « A » de la phase MAX permet d'obtenir les MXenes. Cette appellation met en évidence leur lien avec les phases MAX ainsi que leur nature bidimensionnelle. Généralement, la suppression de la couche « A » est réalisée par attaque chimique des poudres MAX dans des solutions acides contenant du fluor (F), telles que l'acide

fluorhydrique (HF), utilisé directement ou en combinaison avec HCl et du fluorure de lithium (LiF) ou du bifluorure d'ammonium, entre autres. Il s'agit d'un domaine de recherche en plein essor, dans lequel le développement de méthodes de synthèse sans recours à des acides dangereux constitue un objectif important. Pour plus de détails sur les voies de synthèse des MXenes, on peut se référer aux travaux récents de Verger .

Après l'attaque chimique, la formule des MXenes est généralement exprimée sous la forme $M_{n+1}X_nT_z$, où « Tz » désigne les groupes fonctionnels de surface formés lors du processus de gravure. Ces terminaisons sont généralement constituées d'un mélange d'oxygène (O), de groupes hydroxyle (OH) et de fluor (F), avec des cations échangeables (y compris des protons) et, le plus souvent, des molécules d'eau occupant l'espace interfoliaire [6–8]. Initialement, ces terminaisons étaient notées « Tx » ; cependant, cette notation a été remplacée par « Tz » afin d'éviter toute confusion avec le « X » des formules $M_{n+1}AlX_n$ et $M_{n+1}X_n$. Ces groupes fonctionnels confèrent aux MXenes un caractère hydrophile. Des suspensions stables dans l'eau ou dans des solvants polaires peuvent être obtenues, généralement par sonication (par sonde ou bain) d'une suspension contenant des MXenes à un pH proche de la neutralité. De plus, ces groupes permettent des interactions et réactions avec des polymères hydrophiles tels que l'alcool polyvinylique (PVA), le poly (diallyldiméthylammonium chlorure) (PDMA), l'acide polyacrylique (PAA) ainsi que de nombreux biopolymères.

L'utilisation généralisée de charges dans les polymères afin de concevoir des matériaux composites à hautes performances, présentant des propriétés améliorées, remonte aux années 1960 . Toutefois, ce n'est qu'à la fin des années 1980 et au début des années 1990, notamment avec les travaux de Toyota sur les hybrides nylon/argile, que les nanomatériaux ont été introduits comme additifs, donnant naissance à une nouvelle classe de matériaux appelée aujourd'hui nanocomposites (NCs) . La différence entre les composites traditionnels et les nanocomposites réside dans le fait que, dans ces derniers, au moins une dimension de la charge est à l'échelle nanométrique, généralement inférieure à 100 nm.

Les nanomatériaux, en particulier les argiles et autres matériaux bidimensionnels, offrent des avantages remarquables par rapport à leurs homologues tridimensionnels, principalement en raison de leur très grand rapport surface/volume et parfois de leur fort facteur de forme.

Lorsque ces feuillets nanométriques sont exfoliés et dispersés de manière homogène dans une matrice polymère, des améliorations significatives des propriétés mécaniques, thermiques, rhéologiques et des propriétés barrières aux gaz peuvent être obtenues, même avec de faibles taux de charge ($< 2\%$ en volume). Les nanoparticules à haute performance peuvent ainsi apporter des avantages distincts.

2. Graphènes:

Graphène est un matériau nanostructuré bidimensionnel constitué d'une seule couche d'atomes de carbone hybridés sp^2 , organisés en réseau hexagonal de type nid d'abeilles. Il s'agit d'un allotrope du carbone et représente l'un des éléments fondamentaux de la famille des matériaux carbonés, puisqu'il peut être considéré comme la brique de base du graphite (empilement de couches de graphène), des nanotubes de carbone (enroulement d'une feuille de graphène) et du fullerène (structure fermée dérivée du carbone).

Ce matériau a été isolé pour la première fois en 2004 par Andre Geim et Konstantin Novoselov, ce qui a marqué un tournant important dans le domaine des nanomatériaux. Malgré son épaisseur atomique ($\sim 0,34$ nm), le graphène présente des propriétés remarquables qui le distinguent de la plupart des matériaux connus.

Sur le plan mécanique, il possède une résistance très élevée et une grande rigidité, tout en restant extrêmement léger et flexible. Sur le plan électrique, il se caractérise par une conductivité exceptionnelle due à la très grande mobilité des électrons dans sa structure. Ces électrons se comportent de manière quasi relativiste, ce qui confère au matériau des propriétés électroniques uniques. En outre, le graphène présente également une très forte conductivité thermique, ce qui lui permet de dissiper efficacement la chaleur.

D'un point de vue chimique, sa grande surface spécifique et sa structure stable offrent des possibilités de modification et de fonctionnalisation, bien que le matériau pur soit relativement peu réactif. Ces modifications permettent d'adapter ses propriétés à différents domaines d'application.

Ainsi, le graphène est aujourd'hui considéré comme un matériau stratégique dans de nombreux secteurs tels que l'électronique avancée, les dispositifs de stockage d'énergie, les

capteurs, les matériaux composites renforcés et les applications biomédicales. Grâce à l'association unique de ses propriétés physiques et chimiques, il occupe une place centrale dans la recherche en nanoscience et nanotechnologie.

critère	Graphène	MXenes
Structure	Feuillet monoatomique de carbone organisé en réseau hexagonal	Carbures/nitrides de métaux de transition en structures lamellaires 2D
Composition chimique	Carbone pur (C)	$M_{n+1}X_nT_x$ (M=métal de transition, X=C et/ou N, T_x =groupes de surface)
Conductivité thermique	Très élevée	Modérée à élevée (inférieure au graphène)
Conductivité électrique	Exceptionnellement élevée	Élevée à très élevée (selon la composition et les terminaisons de surface)
Propriétés mécaniques	Module de Young très élevée, matériau ultra-résistant	Bonnes propriétés mécaniques mais inférieure au graphène
Dispersibilité dans les solvants	Faible (hydrophobe, nécessite fonctionnalisation)	Excellente (hydrophile grâce aux groupes de surface -OH, -O, -F)
Fonctionnalisation de surface	difficile	Facile et très adaptable chimiquement
Surface spécifique	Très élevée	Très élevée
Stabilité chimique	Bonne mais sensible à certaines modifications	Variable selon la composition et les terminaisons
Applications principales	Électronique avancée, capteurs, batteries, composites légers	Stockage d'énergie (supercondensateurs), blindage EMI, capteurs, catalyse Atout principal
Atout principal	Propriétés physiques exceptionnelles (électriques et mécaniques)	Grande polyvalence chimique et facilité d'intégration

Tableau1 : tableau comparatif entre le graphène et les MXenes

I.4.2 les propriétés de matériaux de charge avancé :

Les charges nanométriques apportent aux matériaux des propriétés avancées notamment une meilleure résistance à la diffusion, un renforcement mécanique significatif et un contrôle efficace du coefficient de dilatation thermique, ce qui les rend particulièrement adaptés aux applications avancées.

I.4.2.1 barrière à la diffusion :

L'incorporation de nanofillers de structure lamellaire dans une matrice polymère conduit à la mise en place d'un parcours de diffusion beaucoup plus complexe pour les molécules de gaz ou de liquides. En effet, ces nanoparticules, souvent disposées de manière quasi-empilée ou dispersée sous forme de feuillets, obligent les espèces diffusantes à contourner les obstacles qu'elles constituent, ce qui allonge considérablement leur trajectoire à travers le matériau.

Ce phénomène, généralement décrit par le modèle du « chemin tortueux », augmente le temps nécessaire à la diffusion des molécules et diminue leur vitesse de transport. Par conséquent, la perméabilité globale du matériau est fortement réduite, ce qui améliore ses performances d'étanchéité.

Ainsi, l'effet barrière généré par les nanofillers permet d'obtenir des matériaux plus performants pour les applications nécessitant une protection contre les gaz, l'humidité ou les solvants.

I.4.2.2 renforcement mécanique :

Les nanocomposites présentent une amélioration significative de leurs propriétés mécaniques globales, notamment en ce qui concerne la rigidité, la résistance à la traction ainsi que la tenue à la rupture. Cette amélioration résulte essentiellement de l'introduction de nanoparticules au sein de la matrice polymère, lesquelles jouent un rôle de renfort à l'échelle nanométrique.

En effet, la très grande surface spécifique des nanofillers favorise une interaction étroite avec la matrice, ce qui permet une meilleure adhésion interfaciale et une distribution plus homogène des contraintes appliquées. Lorsqu'une sollicitation mécanique est exercée, ces

nanoparticules participent efficacement au transfert des efforts, limitant ainsi la concentration des contraintes dans certaines zones du matériau.

Par ailleurs, la présence de ces renforts nanométriques contribue à restreindre la mobilité des chaînes polymères, ce qui augmente la cohésion interne du matériau et améliore sa stabilité mécanique. L'ensemble de ces mécanismes explique les performances supérieures des nanocomposites par rapport aux matériaux conventionnels non chargés.

I.4.2.3 contrôle de coefficient de dilatation thermique :

Le contrôle du coefficient de dilatation thermique (CTE) désigne la capacité d'un matériau à maîtriser et à limiter ses variations dimensionnelles lorsqu'il est soumis à des fluctuations de température. En effet, tous les matériaux présentent une réponse thermique naturelle : ils ont tendance à se dilater lors d'une augmentation de la température et à se contracter lorsqu'elle diminue, ce comportement étant quantifié par le coefficient de dilatation thermique.

Dans le cas des nanocomposites, l'ajout de nanoparticules au sein de la matrice joue un rôle déterminant dans la réduction et la stabilisation de ce coefficient. Ces charges nanométriques agissent comme des éléments de renforcement qui restreignent la mobilité des chaînes polymères et augmentent la rigidité de la structure globale du matériau. Cette limitation des mouvements moléculaires permet de réduire l'amplitude des déformations thermiques.

De plus, l'interaction entre les nanoparticules et la matrice favorise une meilleure cohésion interne, ce qui conduit à une réponse thermique plus homogène et plus contrôlée. Ainsi, le matériau devient moins sensible aux contraintes thermiques et conserve plus efficacement sa stabilité dimensionnelle.

Par conséquent, la maîtrise du CTE permet non seulement de réduire les déformations induites par les variations de température, mais aussi d'améliorer la fiabilité, la durabilité et les performances des matériaux dans des environnements exigeants, notamment dans les domaines de l'aéronautique, de l'électronique et des applications structurelles avancées.

I.5.adhésifs composites et hybrides :

Les adhésifs composites et hybrides sont des systèmes de collage avancés conçus par la combinaison de plusieurs constituants afin d'améliorer les performances du joint adhésif. Ils reposent généralement sur une matrice polymère, telle que les résines époxy, polyuréthanes ou acryliques, à laquelle sont ajoutés des charges de renforcement et divers additifs fonctionnels.

Dans les adhésifs composites, les propriétés du matériau sont optimisées par l'incorporation de charges (particules, fibres ou nanoparticules) qui renforcent la structure de la matrice. Cette approche permet d'améliorer la résistance mécanique, la rigidité ainsi que la tenue thermique et la durabilité du collage.

Les adhésifs hybrides, en revanche, résultent de l'association de différents systèmes chimiques ou de plusieurs types de polymères au sein d'une même formulation. Ils peuvent combiner, par exemple, des composants organiques et inorganiques ou différents réseaux polymères afin de profiter des avantages de chacun. Cette combinaison permet d'obtenir un compromis optimal entre souplesse, résistance mécanique et performance d'adhésion.

Ainsi, ces adhésifs sont particulièrement utilisés dans les secteurs industriels exigeants, où ils offrent des solutions de collage à la fois performantes, durables et adaptées aux contraintes mécaniques et environnementales élevées.

I.5. 1principe de formulation :

La formulation des adhésifs composites et hybrides repose sur la conception d'un système complexe et équilibré, dans lequel plusieurs constituants sont associés afin d'obtenir des performances optimisées. Elle consiste à intégrer une matrice polymère de base avec différents additifs fonctionnels, notamment des charges de renforcement, des agents de réticulation, des plastifiants et des promoteurs d'adhésion.

Dans les adhésifs composites, l'amélioration des propriétés est principalement obtenue grâce à l'ajout de charges micros ou nanométriques, dont la dispersion homogène dans la matrice est essentielle pour garantir de bonnes performances mécaniques et thermiques.

Pour les adhésifs hybrides, la formulation repose sur la combinaison de plusieurs systèmes polymères ou de différentes natures chimiques, souvent organiques et inorganiques. Cette association permet de créer une synergie entre des propriétés complémentaires, telles que la rigidité, la flexibilité, l'adhérence et la résistance à long terme.

Ainsi, la formulation vise à optimiser les interactions entre les différents composants afin de développer des adhésifs performants, stables et adaptés aux exigences des applications industrielles avancées.

I.5.2 dispersion des charges:

La dispersion des charges correspond à la répartition homogène des particules, qu'elles soient de taille micros ou nanométrique, au sein d'une matrice polymère ou d'un matériau composite. Elle constitue une étape fondamentale dans la formulation des matériaux chargés, car elle conditionne directement la qualité de l'interface entre les charges et la matrice ainsi que les performances finales du matériau.

Une bonne dispersion implique que les particules soient correctement séparées les unes des autres et uniformément réparties dans tout le volume du matériau, sans formation d'agglomérats ni de zones de concentration locale. Cette homogénéité permet d'optimiser les interactions interfaciales et d'assurer une meilleure cohésion globale de la structure.

Du point de vue des propriétés, une dispersion efficace des charges améliore significativement le transfert des contraintes mécaniques entre la matrice et les renforts, ce qui se traduit par une augmentation de la rigidité, de la résistance et parfois de la ténacité du matériau. Elle contribue également à l'amélioration des propriétés thermiques et des propriétés de barrière, notamment en rendant le chemin de diffusion des molécules plus complexe.

À l'inverse, une mauvaise dispersion se traduit par la présence d'amas ou d'agglomérats de particules, qui créent des défauts structuraux et des zones de faiblesse dans le matériau. Ces hétérogénéités peuvent entraîner une diminution des performances mécaniques, une perte d'efficacité des propriétés fonctionnelles et une réduction de la fiabilité globale du matériau.

Ainsi, le contrôle et l'optimisation de la dispersion des charges représentent un paramètre clé dans la conception des nanocomposites et des adhésifs avancés, car ils permettent d'exploiter pleinement le potentiel des charges incorporées et d'obtenir des matériaux aux performances améliorées et reproductibles.

I.5.3 relations structure - propriétés :

La relation structure–propriétés est un principe fondamental en science des matériaux, qui établit un lien direct entre l'organisation interne d'un matériau et ses performances macroscopiques. Elle repose sur l'idée que les propriétés mécaniques, thermiques, physiques ou de transport ne dépendent pas uniquement de la composition chimique, mais également de la structure du matériau observée à différentes échelles, allant de l'échelle atomique et nanométrique jusqu'à l'échelle microscopique.

Dans le cas des nanocomposites, cette relation devient particulièrement importante en raison de la présence de charges nanométriques qui modifient profondément la structure interne de la matrice. Des paramètres tels que la taille des nanoparticules, leur forme, leur distribution, leur degré de dispersion ainsi que leur orientation influencent fortement le comportement global du matériau. Lorsque ces charges sont bien dispersées et présentent une bonne interaction avec la matrice polymère, elles améliorent significativement la cohésion interne et favorisent une meilleure transmission des contraintes mécaniques, ce qui se traduit par une augmentation de la rigidité, de la résistance et parfois de la ténacité du matériau.

Par ailleurs, la structure interne joue un rôle déterminant dans les phénomènes de diffusion. Les nanoparticules de forme lamellaire ou allongée créent des obstacles physiques qui obligent les molécules de gaz ou de liquide à suivre un trajet plus long et plus complexe,

souvent décrit comme un chemin tortueux. Ce mécanisme réduit la vitesse de diffusion et diminue la perméabilité globale du matériau, améliorant ainsi ses propriétés d'étanchéité.

Sur le plan thermique, la présence de nanoparticules contribue également à modifier la dynamique du réseau polymère. En limitant la mobilité des chaînes macromoléculaires, elles augmentent la stabilité thermique du matériau et permettent de mieux contrôler son coefficient de dilatation thermique. Cela se traduit par une réduction des déformations dimensionnelles lors des variations de température et par une amélioration de la stabilité structurale.

Ainsi, il apparaît clairement que les propriétés finales d'un matériau sont étroitement liées à sa structure interne et à l'organisation de ses constituants. La maîtrise de cette relation structure–propriétés constitue donc un levier essentiel pour concevoir des matériaux avancés aux performances optimisées, adaptés aux exigences croissantes des applications industrielles modernes telles que l'aéronautique, l'électronique et les systèmes de haute performance

I.6. Identification du gap de connaissance :

1. L'Interdépendance Microstructurale:

L'interdépendance microstructurale est le pivot central de la durabilité des composites. Elle stipule que l'organisation interne du matériau à l'échelle du micron ne définit pas seulement ses performances initiales, mais régit également sa résistance combinée face aux agressions environnementales et mécaniques.

Une analyse approfondie des mécanismes en jeu :

L'Interface : Le maillon faible et fort

L'interface entre le renfort (qu'il soit une fibre naturelle, synthétique ou une charge minérale) et la matrice polymère est la zone où se cristallisent les tensions.

Transfert de charge : Une interface forte permet une distribution homogène des contraintes, évitant les pics de tension locaux qui amorcent les micro-fissures.

Canal de diffusion : Si l'adhésion est médiocre, un vide nanométrique se crée à l'interface. Ce vide agit comme une "autoroute" pour les molécules d'eau ou d'agents chimiques, accélérant la dégradation bien plus vite que la diffusion à travers la matrice pure.

Le Phénomène de Percolation et l'Effet Barrière:

Dans une approche de protection barrière, la microstructure doit forcer les agents diffusant à suivre un chemin de torture.

Géométrie des charges : Des renforts plaquettaires (comme des argiles ou du graphène) sont plus efficaces que des particules sphériques pour bloquer la diffusion, car ils allongent le trajet des molécules.

Seuil de percolation mécanique : Il existe une fraction volumique critique de renforts où les propriétés mécaniques s'améliorent subitement. Cependant, si cette concentration est trop élevée, l'agglomération des particules crée des défauts structurels (porosités) qui ruinent l'étanchéité du matériau.

Couplage sous Sollicitations Thermomécaniques:

La microstructure réagit de manière hétérogène aux variations de température et aux efforts de **traction/compression** :

Contraintes résiduelles : Lors de la polymérisation ou du refroidissement, la différence de coefficient de dilatation thermique (CTE) entre la matrice et le renfort génère des contraintes internes permanentes.

Micro-endommagement cyclique : Sous l'effet de cycles thermiques ou mécaniques (fatigue), ces contraintes locales favorisent le micro-délaminage. Une fois la microstructure ouverte par ces fissures, l'effet barrière s'effondre, permettant une oxydation ou une hydrolyse accélérée du cœur du matériau.

1.1 Le paradoxe de la fragilisation :

Le paradoxe de la fragilisation dans les polymères renforcés ou les revêtements techniques réside dans la contradiction directe entre l'amélioration des propriétés statiques et la dégradation de la tolérance aux dommages.

En cherchant à rendre un matériau plus "performant" (plus rigide ou plus étanche), on réduit souvent sa capacité à dissiper l'énergie, le rendant vulnérable à une rupture catastrophique.

Rigidité vs Ténacité:

L'ajout de renforts (nanoparticules, fibres, charges minérales) augmente le module d'Young (E), ce qui est généralement l'objectif recherché pour le renforcement thermomécanique.

Le mécanisme : Les charges restreignent la mobilité des chaînes polymères.

Le paradoxe : En limitant cette mobilité, on empêche les mécanismes de déformation plastique (comme le craquelage ou le micro-étirage). Le matériau devient incapable de "consommer" l'énergie d'un impact ou d'une fissure naissante, passant d'un comportement ductile à un comportement fragile.

L'Effet Barrière au prix de l'Intégrité:

Pour maximiser l'effet barrière, on cherche souvent à augmenter le taux de charge ou à utiliser des particules à grand facteur de forme (plaquettes).

Concentration de contraintes : Chaque particule ajoutée agit comme une discontinuité géométrique. Si l'interface n'est pas parfaite, ces particules deviennent des sites d'amorçage de fissures.

Le paradoxe : Plus on ajoute d'obstacles pour créer un "chemin de torture" (tortuous path) pour les molécules d'eau ou de gaz, plus on multiplie les points de rupture potentiels sous charge mécanique. Un matériau parfaitement étanche à l'état neuf peut ainsi se fissurer prématurément en service, perdant instantanément ses propriétés barrières par percolation à travers les fissures.

Le Conflit d'Adhésion:

Le paradoxe se manifeste également dans la gestion de l'interface matrice/renfort :

Interface forte : Nécessaire pour un bon transfert de charge (rigidité) et pour empêcher la diffusion moléculaire le long des fibres.

Interface optimisée (ou "fusible") : Paradoxalement, une interface trop forte peut empêcher la décohésion contrôlée, un mécanisme essentiel qui permet de dévier les fissures et d'absorber l'énergie de rupture. Sans cette déviation, la fissure traverse le matériau de manière rectiligne et brutale.

Vers une résolution du paradoxe

Pour surmonter ce dilemme, la recherche actuelle s'oriente vers :

L'interphase graduelle : Créer une zone de transition chimique entre le renfort et la matrice pour lisser les sauts de propriétés mécaniques.

L'hybridation : Combiner des charges rigides (pour l'effet barrière) avec des particules élastomères ou des agents de ténacité (pour la dissipation d'énergie).

Le renforcement hiérarchique : Utiliser des structures à plusieurs échelles pour bloquer la diffusion à l'échelle nano tout en gérant les fissures à l'échelle micro.

1.2 Évolution dynamique :

L'évolution dynamique représente la dimension temporelle du couplage entre l'environnement et la structure. Ce n'est pas un état figé, mais une dégradation progressive où les dommages mécaniques et chimiques se nourrissent mutuellement dans une boucle de rétroaction positive.

Les trois piliers de cette évolution sont:

La Synergie Contrainte-Diffusion (Le cercle vicieux):

Dans un matériau au repos, la diffusion des agents délétères (humidité, ions corrosifs) suit les lois classiques de Fick. Cependant, sous sollicitation dynamique, le processus s'accélère **brutalement** :

Augmentation du volume libre : La traction mécanique écarte les chaînes polymères, créant plus d'espace pour que les molécules s'infiltrant.

Micro-fissuration de fatigue : Les cycles de charge créent des micro-vides. Ces cavités agissent comme des réservoirs de stockage pour les agents corrosifs, augmentant la concentration locale bien au-delà des prévisions théoriques.

Vieillessement Hygro-thermo-mécanique:

L'évolution dynamique est fortement influencée par la température et l'humidité, changeant la nature même du matériau au fil du temps :

Plastification : L'eau absorbée agit comme un lubrifiant entre les chaînes moléculaires, abaissant la température de transition vitreuse (T_g). Un matériau conçu pour être rigide peut devenir "mou" en cours de service.

Gonflement différentiel : La matrice polymère gonfle en absorbant l'humidité, contrairement aux renforts (minéraux ou fibres de carbone). Ce décalage génère des contraintes internes de traction à l'interface, provoquant une décohésion spontanée même en l'absence de charge externe.

Transition de l'Effet Barrière au Chemin de Percolation:

L'évolution dynamique se caractérise par un seuil critique où le matériau perd brutalement sa fonction protectrice :

Phase d'incubation : Les agents diffusent lentement, l'effet barrière est maintenu, et les propriétés mécaniques déclinent de façon linéaire.

Phase de percolation : Dès que les micro-fissures (induites par la fatigue ou les chocs thermiques) s'interconnectent, elles forment un réseau continu. Le coefficient de perméabilité grimpe alors de plusieurs ordres de grandeur. Le matériau ne se contente plus de "laisser passer" les agents ; il les "aspire" par capillarité.

Enjeux pour le Pronostic (PHM)

L'étude de cette évolution dynamique est la clé pour passer d'une maintenance préventive (remplacer après X temps) à une maintenance prédictive. En comprenant la vitesse de cette évolution, on peut définir un "état de santé" du matériau basé sur la corrélation entre la perte d'effet barrière et la chute résiduelle de résistance mécanique.

2. Synergie Dégradation-Contrainte:

La synergie entre la dégradation (chimique ou environnementale) et la contrainte (mécanique) constitue le cœur du problème de la durabilité à long terme. Ce couplage est souvent appelé "Endommagement Assisté par l'Environnement". Contrairement à une addition de dommages, il s'agit d'une multiplication des effets où chaque facteur amplifie la vulnérabilité à l'autre.

Les mécanismes clés de cette synergie sont :

La Plastification et l'Affaïssement Mécanique:

L'absorption d'agents extérieurs (principalement l'humidité) modifie la structure moléculaire de la matrice polymère.

Chute de la T_g : Les molécules d'eau s'insèrent entre les chaînes de polymères, rompant les liaisons hydrogène et agissant comme un plastifiant. Cela diminue la température de transition vitreuse (T_g).

Conséquence : Sous une contrainte constante, un matériau qui était vitreux et rigide peut passer à un état caoutchouteux. Cela entraîne un fluage accéléré et une perte de stabilité dimensionnelle de la structure, rendant les renforts moins efficaces pour supporter la charge.

Le Couplage Mécano-Chimique:

C'est ici que la synergie est la plus dévastatrice : la contrainte mécanique modifie la cinétique de dégradation chimique.

Diffusion assistée par la contrainte : Une zone sous forte tension mécanique (comme le fond d'une fissure ou une zone de forte courbure) voit ses volumes libres augmenter. Cette "ouverture" du réseau moléculaire réduit la résistance au passage des molécules diffusantes, accélérant localement la dégradation.

Oxydation sous contrainte : Pour les polymères sensibles à l'oxydation, les contraintes mécaniques peuvent rompre les liaisons chimiques primaires, créant des radicaux libres qui accélèrent la réaction de dégradation chimique (scission de chaînes).

L'Hydrolyse et la Rupture d'Interface:

Dans le cas des composites, la synergie s'attaque prioritairement à l'interface fibre/matrice.

Décohésion osmotique : L'accumulation d'eau aux interfaces peut dissoudre des composants solubles (ensimage des fibres, résidus de réaction), créant une pression osmotique.

Cercle vicieux : Cette pression crée des micro-décollements (deshéritage). La contrainte mécanique globale de la structure vient ensuite "ouvrir" ces décollements, créant de nouveaux volumes pour l'accumulation d'eau. La perte d'adhérence qui en résulte empêche le transfert de charge vers les renforts, menant à une rupture prématurée.

2.1 Plastification induite :

La plastification induite est l'un des phénomènes les plus critiques de la synergie dégradation-contrainte. Elle se produit lorsque de petites molécules exogènes (généralement l'eau, mais aussi des solvants ou des plastifiants résiduels) pénètrent dans le réseau polymère et en modifient radicalement la structure physique.

Comment ce processus dégrade l'intégrité du matériau :

Mécanisme Moléculaire:

Au niveau microscopique, les molécules d'eau agissent comme des "lubrifiants" entre les chaînes de polymères :

Interruption des liaisons : L'eau s'insère entre les chaînes et rompt les liaisons secondaires (ponts hydrogène, forces de Van der Waals).

Augmentation de la mobilité : En s'interposant, l'eau augmente la distance entre les macromolécules, ce qui accroît le volume libre et permet aux chaînes de glisser les unes sur les autres beaucoup plus facilement.

Abaissment de la Température de Transition Vitreuse (T_g):

L'effet le plus mesurable de la plastification est la chute de la T_g .

Le passage au caoutchouc : Si la T_g descend en dessous de la température de service du matériau (par exemple, suite à une exposition prolongée à l'humidité), le polymère passe d'un état vitreux (rigide, cassant) à un état caoutchouteux (mou, déformable).

Perte de module : Cette transition s'accompagne d'un affaissement brutal du module d'élasticité. Le matériau perd sa capacité à maintenir sa forme et à supporter des charges mécaniques.

Conséquences sur la Durabilité et la Fatigue:

La plastification induite transforme la réponse du matériau aux sollicitations extérieures :

Accélération du fluage : Sous une charge constante, un polymère plastifié se déforme de manière irréversible beaucoup plus vite qu'un matériau sec.

Changement du mode de rupture : Bien que la plastification puisse parfois augmenter la ductilité (rendant le matériau moins fragile à court terme), elle favorise le développement de craquelures (crazing) sous contrainte, ce qui finit par amorcer des fissures de fatigue.

Désactivation du renforcement : Dans un composite, la matrice plastifiée devient trop "molle" pour transférer efficacement les efforts vers les fibres ou les charges de renfort.

2.2 Couplage mécano-chimique :

Le couplage mécano-chimique est l'interaction la plus complexe du gap de connaissance identifié. Il ne s'agit plus simplement d'une dégradation passive (comme la rouille), mais d'un processus où la force mécanique active ou accélère des réactions chimiques au cœur de la matière.

Les mécanismes fondamentaux de ce couplage sont :

Activation de la rupture de liaison (Mécanichimie):

Selon le modèle d'Eyring et les théories de rupture de chaînes, la contrainte mécanique abaisse l'énergie d'activation nécessaire pour briser les liaisons chimiques.

Scission de chaînes : Dans un polymère sous tension, les liaisons covalentes (carbone-carbone) sont "pré-étirées". Une agression extérieure (oxydation, UV, hydrolyse) nécessite alors beaucoup moins d'énergie pour rompre la chaîne qu'à l'état de repos.

Radicaux libres : La rupture mécanique directe de chaînes crée des radicaux libres hautement réactifs qui initient des réactions d'oxydation en cascade, accélérant la décomposition chimique de la matrice.

Diffusion assistée par la contrainte:

La contrainte mécanique modifie la thermodynamique de la diffusion.

Le gradient de potentiel chimique : Les molécules d'eau ou de solvants sont attirées préférentiellement vers les zones de haute tension mécanique (comme le front d'une fissure).

La contrainte agit comme une "pompe" qui aspire les agents dégradants vers les zones les plus vulnérables.

Augmentation du volume libre : La traction écarte les chaînes, facilitant le passage de molécules plus volumineuses qui ne pourraient normalement pas diffuser dans le réseau polymère au repos.

Corrosion sous contrainte (Stress Corrosion Cracking - SCC):

Dans les composites et les métaux, ce couplage mène au phénomène redoutable de fissuration sous contrainte.

Synergie localisée : Une fissure amorcée mécaniquement expose une surface "fraîche" et non protégée à l'environnement. L'attaque chimique fragilise alors le fond de la fissure, ce qui permet à la contrainte mécanique de la faire progresser, exposant à nouveau une surface vierge.

Rupture fragile apparente : Ce mécanisme permet à des matériaux normalement ductiles de rompre de manière fragile et brutale sous des charges bien inférieures à leur limite d'élasticité.

Pourquoi est-ce un verrou scientifique ?

La difficulté majeure réside dans le fait que ces phénomènes sont non-linéaires :

Échelles de temps : La chimie est lente (mois/années), la mécanique peut être rapide (secondes/cycles de fatigue).

Mesure expérimentale : Il est extrêmement difficile d'isoler la part "chimique" de la part "mécanique" lors d'un essai de durabilité, car les deux s'influencent en temps réel.

Modélisation : La plupart des logiciels de calcul (FEA) traitent ces domaines séparément. Le couplage nécessite des modèles dits "forts" où les propriétés mécaniques du maillage évoluent à chaque itération en fonction de la concentration chimique locale.

3. Défis de la Modélisation Multi-échelle:

Le passage de la caractérisation expérimentale à la prédiction numérique constitue le troisième grand défi. La modélisation multi-échelle est indispensable car le "gap" de connaissance se niche précisément dans le transfert d'information entre l'infiniment petit (la rupture d'une liaison chimique) et l'infiniment grand (la rupture d'une structure industrielle).

Voici les trois verrous majeurs de cette approche :

Le saut d'échelle temporel (Time-scaling):

C'est sans doute le défi le plus complexe.

Le conflit des horloges : Les simulations à l'échelle atomique (Dynamique Moléculaire) capturent des phénomènes se produisant en femtosecondes (10⁻¹⁵ s). À l'inverse, la durabilité d'une structure se mesure en années (10⁸ s).

La limite numérique : Il est mathématiquement impossible de faire tourner un modèle atomistique sur une durée de vie réelle. On doit donc utiliser des méthodes d'accélération (comme la dynamique moléculaire activée par la température) ou des lois de transition qui "moyennent" les événements moléculaires pour les injecter dans des modèles continus.

Le couplage des variables d'état (Couplage Fort):

Pour modéliser la durabilité, il ne suffit pas de superposer une carte de diffusion sur une carte de contraintes. Les variables doivent être interdépendantes à chaque pas de calcul :

Hétérogénéité locale : À l'échelle mésoscopique (le micro-volume représentatif), la concentration locale en eau modifie instantanément le tenseur de rigidité du matériau.

L'enjeu : Développer des algorithmes où le solveur chimique et le solveur mécanique communiquent en temps réel. Si la mécanique ouvre une fissure, le solveur de diffusion doit immédiatement recalculer le flux d'agents corrosifs dans cette nouvelle géométrie.

La représentativité de l'interphase:

L'interphase (la zone de transition entre le renfort et la matrice) possède des propriétés physiques et chimiques différentes du reste du matériau.

Manque de données : Il est extrêmement difficile de mesurer expérimentalement le module d'élasticité ou le coefficient de diffusion d'une couche qui ne mesure que quelques nanomètres d'épaisseur.

Le défi de modélisation : Sans données d'entrée précises sur cette zone critique, les modèles multi-échelles produisent des résultats divergents. On utilise souvent des "éléments d'interface" (Cohesive Zone Models - CZM), mais les paramètres de ces éléments évoluent de façon complexe avec le vieillissement, ce qui reste un sujet de recherche intense.

Vers une solution : Les Jumeaux Numériques

Pour combler ce gap, la tendance actuelle est au développement de jumeaux numériques hybrides :

Modèles basés sur la physique : Pour capturer les mécanismes de rupture.

Intelligence Artificielle (Machine Learning) : Pour combler les lacunes de données là où la physique est trop complexe à simuler en temps réel, permettant ainsi une prédiction de la durabilité à long terme beaucoup plus robuste.

3.1 Échelle atomistique :

L'échelle atomistique est le niveau fondamental où s'amorcent les mécanismes de dégradation qui, à terme, ruineront la structure macroscopique. C'est à cette échelle (du nanomètre et de la femtoseconde) que l'on étudie les interactions physico-chimiques directes entre les molécules d'eau, les chaînes polymères et la surface des renforts.

Voici les trois verrous scientifiques traités à ce niveau :

La Rupture des Liaisons et Énergie d'Activation:

À l'échelle atomique, la durabilité est une question de probabilité de rupture de liaison.

L'effet de la contrainte : Sous une charge mécanique, le puits de potentiel d'une liaison chimique (covalente ou hydrogène) est déformé. La barrière d'énergie nécessaire pour rompre cette liaison diminue.

L'attaque chimique : Une molécule d'eau peut alors s'insérer et provoquer une hydrolyse plus facilement. Les simulations par dynamique moléculaire (MD) permettent de visualiser comment l'étirement d'une chaîne polymère rend ses sites réactifs plus accessibles aux agents oxydants.

L'Adsorption et l'Interphase "Inter-atomique":

Le gap de connaissance sur l'effet barrière se joue souvent à l'interface entre la matrice et le renfort (ex: fibre de carbone ou particule d'Alfa).

Affinité chimique : On étudie comment les molécules d'eau s'agglutinent (adsorption) à la surface du renfort. Si l'eau a une affinité plus forte pour le renfort que la matrice, elle va littéralement "décoller" le polymère de la surface, atome par atome.

Diffusion préférentielle : À cette échelle, on peut modéliser le coefficient de diffusion non pas comme une constante, mais comme un saut d'atomes à travers des sites vacants, influencé par le champ de déformation local.

Dynamique Moléculaire et Volume Libre

La capacité d'un matériau à agir comme une barrière dépend de la dynamique de ses chaînes.

Mouvements segmentaires : Les chaînes de polymères sont en mouvement constant. Ces mouvements créent des "trous" temporaires (volume libre) par lesquels les molécules d'eau sautent d'un point à un autre.

Influence du renfort : La présence d'un nano-renfort à proximité immédiate restreint la mobilité des chaînes (zone de confinement). Cela réduit localement le volume libre et augmente l'effet barrière, un phénomène que seule l'échelle atomistique peut quantifier avec précision.

3.2 L'échelle mésoscopique :

L'échelle mésoscopique (du micromètre au millimètre) est l'échelle pivot où la structure interne du matériau est explicitement représentée. C'est à ce niveau que l'on observe comment l'organisation spatiale des constituants (fibres, particules, porosités) traduit les phénomènes atomiques en propriétés mécaniques et barrières utilisables par l'ingénieur.

Les trois piliers de l'analyse à cette échelle sont :

Le Volume Élémentaire Représentatif (VER)

Pour modéliser un matériau hétérogène, on définit un VER : le plus petit volume contenant toutes les caractéristiques statistiques de la microstructure.

Modélisation de l'architecture : On y simule l'orientation des fibres, leur fraction volumique et la distribution des charges.

Le couplage en action : C'est dans le VER que l'on calcule comment un flux de diffusion (chimique) traverse le réseau de fibres et comment ce même réseau réagit à une déformation

(mécanique). On peut alors observer si les agents corrosifs s'accumulent préférentiellement dans les zones de forte concentration de contraintes.

La Micro-fissuration et la Percolation

L'échelle mésoscopique est le théâtre de l'amorçage et de la coalescence des défauts.

Chemins de fuite : On étudie comment les micro-fissures de matrice s'interconnectent. Tant qu'elles sont isolées, l'effet barrière tient ; dès qu'elles percolent, le matériau devient poreux.

Tortuosité dynamique : On simule le "chemin de torture". Sous l'effet d'une contrainte mécanique, les particules de renfort peuvent s'écarter ou pivoter, modifiant instantanément la longueur du trajet que doit parcourir une molécule d'eau pour traverser le matériau.

L'Interphase : La zone de transition

À cette échelle, l'interface fibre/matrice est traitée comme une interphase ayant ses propres propriétés.

Le gradient de propriétés : On modélise cette zone comme une couche de transition dont le module d'élasticité et la perméabilité évoluent progressivement entre le renfort et le cœur de la matrice.

Vieillessement localisé : C'est ici que l'on intègre les modèles de zone cohésive (CZM) pour simuler le déshéritage (debonding) induit par l'humidité. La perte de cette liaison mésoscopique est la cause directe de l'effondrement des propriétés macroscopiques.

3.3 La caractérisation in situ :

La caractérisation in situ est la clé pour lever le voile sur le couplage entre l'effet barrière et le renforcement thermomécanique. Elle consiste à observer et mesurer les propriétés d'un matériau pendant qu'il subit ses contraintes de service (mécaniques, thermiques ou chimiques), plutôt que d'analyser l'échantillon "mort" après l'essai.

Voici les techniques de pointe qui permettent de quantifier cette dynamique :

Corrélation d'Images Numériques (CIN / DIC) couplée

La DIC permet de mesurer les champs de déformation à la surface d'un échantillon avec une très haute précision.

L'approche in situ : On applique une contrainte mécanique tout en exposant le matériau à un flux de diffusion (gaz ou liquide).

Ce qu'on observe : On peut cartographier comment les zones de forte déformation locale (concentration de contraintes) deviennent les points d'entrée préférentiels de l'agent diffusant, visualisant ainsi la rupture de l'effet barrière en temps réel.

Spectroscopie et Perméabilité sous Charge

Il s'agit d'intégrer des dispositifs de mesure chimique au sein même des machines de traction.

FTIR ou Raman in situ : On utilise des sondes à fibres optiques pour suivre l'évolution chimique (oxydation, hydrolyse) au cœur du matériau alors qu'il est sous tension.

Cellules de perméation mécanisées : On mesure le flux de gaz traversant une membrane alors que celle-ci subit un étirement contrôlé. Cela permet de définir une loi de comportement liant directement le coefficient de diffusion (D) au tenseur des déformations (ϵ).

Micro-Tomographie X (μ CT) sous sollicitation

La tomographie permet de voir l'intérieur du matériau en 3D.

Dispositifs "In-situ CT" : L'échantillon est placé dans une mini-cellule de traction/compression transparente aux rayons X, parfois équipée d'un système de contrôle de l'humidité.

Suivi de la percolation : On peut observer l'ouverture des micro-fissures et la progression du front de liquide à l'intérieur du volume. Cela permet de valider directement les modèles de "chemin de tortue" en vérifiant si les charges de renfort bloquent réellement la progression du fluide sous charge.

Émission Acoustique (EA) et Capteurs Noyés

Pour les structures plus larges, on utilise des méthodes passives.

Écoute de l'endommagement : L'émission acoustique détecte les ondes élastiques générées par les micro-ruptures (rupture de fibre, décohésion).

Couplage avec les ondes de Lamb : En envoyant des ondes de Lamb à travers le matériau en service, on peut corrélérer l'atténuation du signal avec le taux de plastification ou la saturation en eau de l'interface, offrant une signature en temps réel de la perte d'intégrité.

3.4 Les charges multifonctionnelles :

Les charges multifonctionnelles représentent une rupture technologique par rapport aux renforts conventionnels. Au lieu de choisir entre la résistance mécanique et l'étanchéité, on

conçoit des particules capables d'assurer simultanément plusieurs rôles pour garantir la durabilité à long terme.

Comment elles permettent de combler le gap de connaissance identifié :

Synergie Géométrie-Chimie (Barrière Active)

L'idée est de passer d'une barrière passive (un simple obstacle physique) à une barrière "active".

Le chemin de torture optimisé : On utilise des charges à très haut facteur de forme (nanoplaquettes de graphène ou argiles modifiées) pour maximiser la distance de diffusion.

Le piégeage moléculaire : Certaines charges multifonctionnelles sont greffées avec des groupements chimiques capables de "capturer" les molécules d'eau ou d'oxygène au passage, ralentissant ainsi leur progression vers le cœur du matériau.

L'Interface "Pont de Charge"

Dans un composite classique, l'interface est souvent le point faible où l'effet barrière s'effondre. Les charges multifonctionnelles agissent comme un pont moléculaire :

Double affinité : Elles possèdent une face compatible avec la matrice (pour un transfert de contrainte optimal) et une face capable de créer des liaisons fortes avec les fibres (comme les fibres d'Alfa).

Auto-cicatrisation locale : Certaines charges sont encapsulées avec des agents réactifs qui se libèrent lors d'une micro-fissuration, bouchant instantanément le chemin de diffusion et restaurant la continuité mécanique.

Capteurs de Santé Intégrés (Self-Sensing)

Une charge peut être multifonctionnelle en apportant une dimension de pronostic :

Renforts conducteurs : En utilisant des nanotubes de carbone ou du noir de carbone de manière structurée, on crée un réseau électrique au sein du matériau.

Monitoring en temps réel : Une variation de la résistance électrique du composite indique soit une pénétration d'humidité (effet barrière rompu), soit une micro-fissuration (dégradation mécanique). Cela permet de détecter le couplage mécano-chimique avant même qu'il ne devienne critique.

3.5 Les lois de comportement couplées :

Les lois de comportement couplées constituent l'aboutissement mathématique et numérique nécessaire pour combler le gap de connaissance. Contrairement aux lois classiques (élasticité, plasticité), elles ne traitent pas les variables de manière indépendante, mais intègrent des potentiels thermodynamiques où la mécanique et la physico-chimie interagissent dans le même système d'équations.

Comment ces lois sont structurées pour répondre à la durabilité à long terme :

L'Extension du Tenseur de Rigidité :

Dans une loi de comportement couplée, le tenseur de rigidité C n'est plus une constante, mais une fonction de l'environnement :

Dépendance à l'hydratation : $C = f(c)$ 1-1

Où c est la concentration locale en agent diffusant (eau, solvant). Cela permet de simuler la plastification en temps réel.

Dépendance au dommage mécanique : On intègre une variable scalaire ou tensorielle de dommage D . La loi devient alors :

$$\sigma = (1 - D)C(c) : \varepsilon \quad 1-2$$

Le couplage inverse : La loi de diffusion (Fick) est elle-même modifiée par la mécanique. Le coefficient de diffusion D_{diff} devient dépendant de la trace du tenseur des déformations $Tr(\varepsilon)$, traduisant l'augmentation du volume libre sous traction.

Intégration du Gonflement Hygroscopique :

Pour les matériaux comme les composites à fibres naturelles (Alfa, palmier), la loi de comportement doit inclure une déformation chimique analogique à la dilatation thermique :

Déformation totale :

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{mech} + \varepsilon_{thermal} + \varepsilon_{hygro} \quad 1-3$$

Contraintes internes : Même en l'absence de charge externe, le gradient de concentration crée des contraintes internes massives dues au gonflement différentiel entre les fibres et la matrice.

Une loi couplée permet de prédire le micro-délaminage induit uniquement par l'humidité.

Modèles de Zone Cohésive Couplés (CZM)

L'interface est modélisée par des lois de traction-séparation qui "vieillissent" :

Dégradation de l'énergie de rupture : L'énergie nécessaire pour propager une fissure (G_c) est programmée pour décroître en fonction du temps d'exposition et de la concentration en eau à l'interface.

Critère de rupture dynamique : La loi permet de simuler comment une fissure de fatigue progresse beaucoup plus vite si le front de fissure est "mouillé" (synergie dégradation-contrainte).

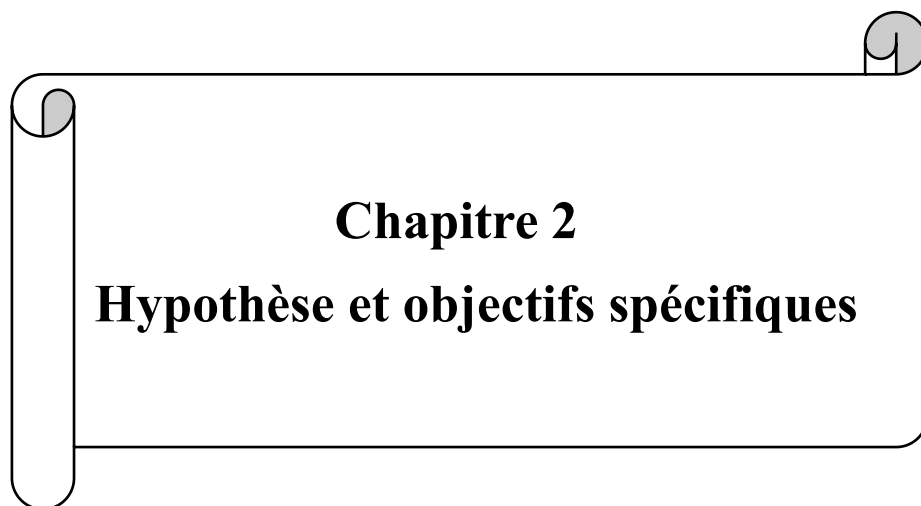
Implémentation Numérique : Le défi des Solveurs

L'utilisation de ces lois nécessite des stratégies de résolution spécifiques dans les codes de calcul (type Abaqus ou Ansys) :

Couplage Faible (Séquentiel) : On calcule la diffusion, puis on injecte les résultats dans le calcul mécanique. C'est rapide mais imprécis pour les phénomènes de forte synergie.

Couplage Fort (Simultané) : Les équations de la mécanique et de la diffusion sont résolues dans la même matrice itérative. C'est la seule méthode capable de capturer l'endommagement assisté par l'environnement de manière rigoureuse.

Vers une approche "Multi-physique"



Chapitre 2 : hypothèses et objectifs spécifiques**II.1.introduction :**

Ce chapitre se consacre à une analyse détaillée et approfondie de l'impact du contrôle de la microstructure des adhésifs composites hybrides sur les performances mécaniques ainsi que sur la durabilité des assemblages. Il met particulièrement l'accent sur le rôle déterminant que jouent les paramètres microstructuraux — tels que la distribution, l'orientation et l'interaction des phases constitutives — dans l'optimisation du comportement global du matériau.

Dans cette perspective, l'objectif principal est de mieux comprendre les mécanismes internes complexes qui gouvernent la réponse de ces systèmes adhésifs lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations variées, souvent combinées, telles que les contraintes mécaniques, thermiques et environnementales. Une attention particulière est également portée à l'identification des phénomènes d'endommagement, de propagation des fissures et de dégradation progressive, qui influencent directement la longévité des assemblages.

Ainsi, ce chapitre vise à établir un lien clair entre la maîtrise de la microstructure à l'échelle microscopique et l'amélioration des performances macroscopiques, tout en mettant en évidence les leviers d'optimisation permettant de concevoir des assemblages collés plus fiables, plus résistants et mieux adaptés aux exigences des applications industrielles avancées.

II.2.Hypothèse centrale :

L'incorporation et la dispersion optimisée de charges sélectionnées au sein de la matrice polymère, combinées à l'amélioration de la conception du couvre-joint, des matériaux adhésifs et des conditions de mise en œuvre, conduisent à la formation d'une microstructure efficace permettant une meilleure répartition des contraintes et une réduction de leur concentration aux extrémités de l'assemblage. Cette microstructure agit simultanément comme une barrière contre l'humidité et comme un renfort face à la déformation thermique, ce qui améliore de manière significative la durabilité, la durée de vie et les performances mécaniques des assemblages collés.

2.1.objectifs spécifiques :

2.1.1 nature des charges :

La nature des charges fait référence à leur composition chimique ainsi qu'à leur origine, qui peuvent être soit organiques, soit inorganiques. Les charges organiques comprennent généralement des polymères ou des fibres naturelles, tandis que les charges inorganiques regroupent des matériaux tels que la silice, l'alumine, les argiles ou encore les structures à base de carbone comme le graphène. Ce paramètre joue un rôle déterminant dans le comportement global du matériau composite, car il conditionne directement ses propriétés intrinsèques. En effet, les charges inorganiques sont souvent privilégiées pour leur capacité à améliorer la rigidité, la résistance mécanique et la stabilité thermique. En revanche, les charges organiques présentent l'avantage d'une meilleure compatibilité avec certaines matrices polymères, ainsi qu'une réduction de la densité du matériau final. Par conséquent, le choix de la nature des charges doit être réalisé en fonction des performances recherchées, notamment en termes de résistance mécanique, de durabilité et de comportement vis-à-vis des environnements humides ou thermiquement contraints

2.1.1 morphologie des charges :

La morphologie des charges désigne l'ensemble des caractéristiques géométriques des particules, incluant leur forme, leur taille, leur distribution ainsi que leur rapport d'aspect. Ces paramètres influencent fortement les mécanismes de renforcement au sein de la matrice polymère et conditionnent l'efficacité du transfert des contraintes. Les charges peuvent être classées selon leur géométrie en différentes catégories, notamment les particules sphériques (0D), les structures fibreuses ou tubulaires telles que les fibres et les nanotubes (1D), ainsi que les structures lamellaires comme les argiles ou le graphène (2D). Chaque type de morphologie présente des avantages spécifiques en fonction de l'application visée. Une morphologie bien maîtrisée permet d'augmenter la surface de contact entre les charges et la matrice, favorisant ainsi une meilleure interaction interfaciale. Cela se traduit par une amélioration significative des propriétés mécaniques, notamment la résistance et la rigidité. À l'inverse, une mauvaise distribution ou la présence d'agglomérats peut engendrer des zones de faiblesse et réduire les performances globales du matériau.

II.3.1 chimie de surface des charges :

La chimie de surface des charges correspond à l'ensemble des propriétés chimiques présentes

à la surface des particules, notamment les groupes fonctionnels capables d'interagir avec la matrice polymère. Elle constitue un facteur clé dans la qualité de l'adhésion interfaciale et dans la stabilité du composite. Les interactions entre les charges et la matrice peuvent être de nature physique, telles que les forces de Van der Waals, ou de nature chimique, impliquant des liaisons covalentes ou des liaisons hydrogène. L'intensité et la nature de ces interactions influencent directement la dispersion des charges et leur capacité à renforcer efficacement le matériau. Une bonne compatibilité interfaciale permet non seulement d'améliorer la dispersion des charges au sein de la matrice, mais également d'optimiser le transfert des contraintes, ce qui se traduit par une augmentation des performances mécaniques et de la durabilité. Dans ce contexte, des traitements de surface, tels que la fonctionnalisation chimique ou la silanisation, sont souvent utilisés afin de modifier les propriétés de surface des charges et de favoriser leur intégration homogène dans la matrice polymère.

II.3.2.1 Développement approfondi de la formulation des adhésifs composites hybrides :

Développement approfondi de la formulation des adhésifs composites hybrides Le développement de la formulation des adhésifs composites hybrides représente une étape fondamentale dans la conception de matériaux polymères renforcés destinés aux assemblages collés avec couvre-joint. Cette étape consiste à définir de manière précise la composition du système adhésif, en tenant compte de l'ensemble des constituants qui interagissent pour former la microstructure finale du matériau. La matrice polymère constitue l'élément principal assurant la cohésion et la continuité du matériau, tandis que les charges jouent un rôle de renforcement et d'amélioration des propriétés mécaniques, thermiques et de durabilité. L'ajout d'additifs spécifiques peut également être envisagé afin d'ajuster certaines propriétés fonctionnelles telles que la viscosité, la stabilité chimique ou encore la résistance au vieillissement. La formulation doit donc être optimisée de manière à atteindre un équilibre entre plusieurs paramètres souvent antagonistes, notamment la facilité de mise en œuvre, la capacité de mouillage des surfaces, et les performances mécaniques finales. Une mauvaise maîtrise de ces paramètres peut entraîner des défauts structuraux tels qu'une hétérogénéité du matériau, une mauvaise imprégnation des surfaces ou une diminution de l'adhésion interfaciale. Ainsi, l'objectif principal de cette étape est d'élaborer une composition optimisée permettant d'assurer une bonne applicabilité de l'adhésif tout en améliorant significativement

ses performances mécaniques et sa durabilité dans des environnements contraignants.

II.3.2.2 Optimisation des protocoles de dispersion des charges dans la matrice polymère :

La dispersion des charges constitue un paramètre critique dans la fabrication des adhésifs composites hybrides, car elle conditionne directement l'homogénéité de la microstructure et les performances globales du matériau. Les charges, en particulier lorsqu'elles sont de taille nanométrique, présentent une forte tendance à s'agglomérer en raison des interactions de surface et des forces d'attraction interparticulaires. Ces agglomérats constituent des défauts structuraux majeurs pouvant agir comme points de concentration de contraintes, favorisant ainsi l'initiation et la propagation de fissures sous sollicitations mécaniques. Il est donc indispensable de mettre en œuvre des protocoles de dispersion efficaces permettant de garantir une distribution homogène des charges au sein de la matrice polymère. Différentes approches peuvent être utilisées à cet effet, allant du simple mélange mécanique jusqu'à des techniques plus avancées telles que l'agitation à haute vitesse, la dispersion par ultrasons ou encore l'utilisation de solvants adaptés facilitant la séparation des particules. Le choix de la méthode dépend fortement de la nature des charges, de leur morphologie, ainsi que de leur compatibilité avec la matrice polymère. Dans certains cas, une combinaison de plusieurs techniques de dispersion peut s'avérer nécessaire afin d'obtenir un niveau d'homogénéité suffisant pour garantir des performances mécaniques optimales et reproductibles.

II.3.2.3 Amélioration de l'interface charge–matrice et stabilisation des adhésifs hybrides

Au-delà de la dispersion des charges :

la qualité de l'interface entre les charges et la matrice polymère constitue un facteur déterminant dans les performances des adhésifs composites hybrides. Une interface bien développée permet d'assurer un transfert efficace des contraintes mécaniques entre la matrice et les charges, contribuant ainsi à l'amélioration de la résistance globale du matériau. Les interactions interfaciales peuvent être de nature physique, telles que les forces de Van der Waals, ou de nature chimique, impliquant des liaisons hydrogène ou covalentes. L'intensité de ces interactions influence directement la stabilité de la dispersion ainsi que la capacité du matériau à résister aux sollicitations mécaniques et environnementales.

Afin d'améliorer cette interface, l'utilisation d'agents de compatibilisation est souvent nécessaire. Parmi ces agents, les silanes sont largement utilisés pour modifier la surface des charges et améliorer leur affinité avec la matrice polymère. Ces traitements permettent de renforcer l'adhésion interfaciale, de réduire les phénomènes d'agglomération et d'améliorer la cohésion globale du système. L'optimisation de l'interface charge–matrice contribue également à améliorer la résistance du matériau face aux conditions environnementales sévères, notamment l'humidité, les cycles thermiques et le vieillissement à long terme, ce qui est particulièrement crucial dans les applications d'assemblages collés avec couvre-joint.

II.3.3.1 Analyse approfondie de la microstructure des matériaux composites hybrides :

La caractérisation microstructurale des matériaux composites hybrides constitue une étape fondamentale pour appréhender de manière détaillée l'organisation interne du matériau ainsi que les mécanismes responsables de ses performances globales. En effet, la microstructure reflète directement la qualité des procédés de formulation et de dispersion mis en œuvre lors de l'élaboration de l'adhésif.

Cette analyse permet notamment d'évaluer la distribution spatiale des charges au sein de la matrice polymère, leur degré de dispersion ainsi que la qualité de l'interface entre les différentes phases. Une attention particulière est portée à l'identification des défauts microstructuraux tels que les agglomérats, les porosités ou encore les zones de mauvaise adhésion, qui peuvent constituer des points faibles du matériau.

Les techniques d'observation, telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), jouent un rôle essentiel dans cette caractérisation, en offrant une visualisation précise de la morphologie interne à différentes échelles. Ces observations permettent d'établir des corrélations entre la structure du matériau et ses propriétés mécaniques.

Une microstructure homogène, caractérisée par une dispersion uniforme des charges et une interface bien définie, favorise un transfert efficace des contraintes mécaniques. À l'inverse, une microstructure hétérogène peut engendrer des concentrations locales de contraintes, susceptibles de provoquer l'initiation et la propagation de fissures, réduisant ainsi la durée de vie du matériau.

II.3.3.2 Étude détaillée des propriétés thermiques :

La caractérisation des propriétés thermiques des matériaux composites hybrides est essentielle pour évaluer leur comportement sous l'effet de variations de température, notamment dans des conditions de service exigeantes. Ces propriétés permettent de déterminer la stabilité thermique du matériau ainsi que sa capacité à conserver ses performances mécaniques lorsqu'il est soumis à des sollicitations thermiques.

Parmi les paramètres étudiés, la température de transition vitreuse représente un indicateur clé, car elle marque le passage du matériau d'un état rigide à un état plus ductile. La conductivité thermique et la stabilité thermique globale sont également des propriétés importantes, influençant directement la performance du matériau dans des environnements thermiquement contraints.

Les techniques expérimentales telles que l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et l'analyse thermogravimétrique (TGA) permettent d'obtenir des informations précises sur les transitions thermiques, les phénomènes de dégradation et la résistance du matériau à des températures élevées.

L'incorporation de charges, en particulier inorganiques, contribue généralement à améliorer la stabilité thermique en limitant la mobilité des chaînes polymères et en retardant les processus de dégradation. Ainsi, une formulation optimisée permet de développer des adhésifs capables de résister à des conditions thermiques sévères tout en maintenant leurs propriétés mécaniques.

II.3.3.3 Évaluation approfondie des propriétés mécaniques :

La caractérisation mécanique constitue un aspect central dans l'étude des matériaux composites hybrides, car elle permet d'évaluer leur aptitude à supporter différentes sollicitations en conditions réelles d'utilisation. Les propriétés mécaniques déterminent directement la fiabilité et la performance des assemblages collés, en particulier dans les zones critiques telles que les couvre-joints.

Les essais mécaniques permettent de mesurer des paramètres essentiels tels que le module d'élasticité, la résistance à la traction, la résistance au cisaillement et l'allongement à la rupture. Ces propriétés sont fortement influencées par la nature des charges, leur morphologie, leur taux de dispersion ainsi que la qualité de l'interface charge–matrice.

Une dispersion homogène des charges et une bonne compatibilité interfaciale favorisent un transfert efficace des contraintes, ce qui se traduit par une augmentation de la rigidité et de la

résistance du matériau. En revanche, la présence d'agglomérats ou de défauts structuraux peut provoquer des ruptures prématurées en raison de la concentration des contraintes dans certaines zones.

Ainsi, l'analyse mécanique permet non seulement de quantifier les performances du matériau, mais également de valider l'efficacité des protocoles de formulation et de dispersion développés.

II.3.3.4 Analyse du comportement hygroscopique et de la sorption d'humidité :

La sorption d'humidité constitue un paramètre critique dans l'évaluation de la durabilité des matériaux composites hybrides, en particulier dans les applications exposées à des environnements humides ou à des cycles hygrothermiques. L'absorption d'eau peut entraîner des modifications significatives de la structure interne du matériau, affectant ses propriétés mécaniques et son adhésion interfaciale.

L'étude du comportement hygroscopique vise à quantifier la quantité d'eau absorbée en fonction du temps et des conditions environnementales, ainsi qu'à analyser les mécanismes de diffusion au sein du matériau. Ces analyses sont généralement réalisées à travers des essais de vieillissement hygrothermique, impliquant une exposition prolongée à des conditions contrôlées de température et d'humidité.

La présence d'humidité peut provoquer un gonflement de la matrice polymère, une dégradation de l'interface charge-matrice et une diminution des propriétés mécaniques. Toutefois, l'incorporation de charges bien dispersées peut jouer un rôle de barrière en limitant la diffusion de l'eau et en améliorant la résistance du matériau au vieillissement.

Ainsi, la maîtrise du comportement hygroscopique constitue un élément clé pour garantir la fiabilité et la durabilité des assemblages collés dans des conditions environnementales sévères

II.3.4 Évaluation de la performance et de la durabilité des assemblages collés en conditions environnementales accélérées:

II.3.4.1. Analyse approfondie de la performance des assemblages collés soumis au vieillissement hygrothermique:

La performance des assemblages collés en conditions de vieillissement hygrothermique constitue un critère fondamental pour évaluer leur aptitude à conserver leurs propriétés mécaniques dans des environnements sévères caractérisés par la présence simultanée d'humidité et de température élevée. Ce type de sollicitation accélérée permet de reproduire, en un temps relativement court, les mécanismes de dégradation susceptibles de se produire sur de longues périodes en conditions réelles.

L'exposition à l'humidité entraîne une diffusion progressive de molécules d'eau au sein de la matrice polymère, conduisant à des phénomènes de plastification qui se traduisent par une diminution de la rigidité et une augmentation de la ductilité du matériau. Parallèlement, l'eau peut s'accumuler à l'interface entre l'adhésif et le substrat, affaiblissant les interactions physico-chimiques responsables de l'adhésion. Cette dégradation interfaciale se manifeste généralement par une réduction de la résistance mécanique, notamment en cisaillement ou en traction.

L'évaluation de la performance repose sur la comparaison des propriétés mécaniques avant et après exposition, permettant de quantifier l'impact du vieillissement sur l'intégrité du joint collé. Une performance satisfaisante se caractérise par une faible perte de résistance et une capacité du matériau à maintenir une cohésion interne malgré les effets combinés de l'humidité et de la température.

II.3.4.2. Analyse détaillée de la performance des assemblages collés soumis au cyclage thermique :

La performance des assemblages collés en conditions de cyclage thermique est directement liée à leur capacité à résister aux variations répétées de température sans dégradation significative de leurs propriétés mécaniques. Ces cycles thermiques induisent des contraintes internes dues aux différences de coefficients de dilatation thermique entre les matériaux assemblés, notamment entre le substrat et l'adhésif.

Ces contraintes thermomécaniques répétées peuvent engendrer des phénomènes de fatigue, conduisant progressivement à l'apparition de microfissures au sein de la matrice ou à l'interface adhésive. À mesure que le nombre de cycles augmente, ces microfissures peuvent s'étendre et coalescer, provoquant une dégradation progressive de la résistance mécanique du joint.

L'évaluation de la performance dans ce contexte repose sur des essais mécaniques réalisés après un nombre défini de cycles thermiques, permettant d'analyser l'évolution des propriétés telles que la résistance, la rigidité et la ténacité. Un adhésif performant doit être capable de dissiper ou de redistribuer les contraintes thermiques sans accumulation excessive de dommages, garantissant ainsi la stabilité du système sur le court et moyen terme.

II.3.4.3. Étude approfondie de la durabilité des assemblages collés en vieillissement hygrothermique:

La durabilité des assemblages collés en environnement hygrothermique s'inscrit dans une approche à long terme visant à évaluer la stabilité des propriétés mécaniques et de l'adhésion au cours du temps. Contrairement à la performance instantanée, la durabilité prend en compte les effets cumulés des phénomènes de dégradation induits par l'exposition prolongée à l'humidité et à la température.

L'absorption d'eau peut provoquer des modifications irréversibles au niveau de la matrice polymère, telles que l'hydrolyse des chaînes polymériques, la diminution de la cohésion interne et la formation de microcavités. De plus, la dégradation de l'interface adhésive peut entraîner une perte progressive d'adhésion, favorisant des modes de rupture de type adhésif.

L'étude de la durabilité repose sur le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du temps d'exposition, ainsi que sur l'analyse des mécanismes de dégradation à l'échelle microstructurale. Une bonne durabilité se traduit par une résistance stable, une limitation des phénomènes de dégradation et une capacité du matériau à conserver ses propriétés malgré des conditions environnementales sévères.

II.3.4.4. Analyse approfondie de la durabilité des assemblages collés soumis au cyclage thermique:

La durabilité des assemblages collés soumis à des cycles thermiques répétés est étroitement liée à leur résistance aux effets cumulés de la fatigue thermique. Chaque cycle de variation de température génère des contraintes internes qui, à long terme, peuvent provoquer des dommages progressifs au sein du matériau.

Ces dommages se manifestent par l'apparition de fissures, la dégradation de l'interface adhésive et, dans certains cas, une délamination entre les différentes couches du matériau. La répétition des cycles accentue ces phénomènes, conduisant à une réduction progressive des performances mécaniques et à un risque accru de défaillance.

L'évaluation de la durabilité dans ce contexte repose sur l'analyse de l'évolution des propriétés mécaniques après un grand nombre de cycles, ainsi que sur l'observation des modifications microstructurales. Un matériau durable doit présenter une forte résistance à la fatigue thermique, une bonne stabilité dimensionnelle et une capacité à limiter l'initiation et la propagation des fissures.

Cette durabilité dépend fortement de la qualité de la formulation, de la dispersion des charges et de la robustesse de l'interface charge–matrice, qui jouent un rôle clé dans la dissipation des contraintes thermiques.

II.3.5 proposition des modèles reliant la microstructure du composite à ses performances et à sa durée de vie :

1 Modèle conceptuel global (microstructure → performance → durabilité):

Dans le cadre de cette étude, il est possible de proposer un modèle conceptuel global permettant de mettre en évidence les liens hiérarchiques et fonctionnels existant entre la microstructure d'un matériau composite, ses performances mécaniques et son comportement en termes de durabilité sous sollicitations environnementales. Ce modèle vise à fournir une

vision intégrée du matériau, en reliant les phénomènes observés à différentes échelles, depuis l'échelle microscopique jusqu'à l'échelle macroscopique et temporelle.

L'hypothèse centrale repose sur le fait que la microstructure constitue le facteur déterminant des propriétés globales du composite. En effet, les caractéristiques microscopiques du matériau influencent directement sa capacité à transférer et à répartir les contraintes mécaniques au sein du volume. Cette microstructure est elle-même définie par plusieurs paramètres essentiels, tels que la nature des charges incorporées (fibres, particules, renforts), leur morphologie (forme, taille, aspect), leur taux de dispersion et d'orientation, ainsi que la qualité de l'interface entre les charges et la matrice polymère. Cette interface joue un rôle particulièrement critique, puisqu'elle conditionne l'efficacité du transfert de charge entre les différents constituants du composite.

À partir de ces éléments microstructuraux, le comportement mécanique global du matériau se construit progressivement. Une bonne dispersion des charges, associée à une interface forte et homogène, favorise un transfert efficace des contraintes, ce qui se traduit par une amélioration des propriétés mécaniques globales telles que le module de Young (E), la résistance mécanique, ainsi que la rigidité du matériau. À l'inverse, la présence d'agglomérats, de défauts d'interface ou d'hétérogénéités structurales peut engendrer des concentrations de contraintes locales et ainsi diminuer les performances mécaniques.

Ce comportement mécanique ne peut toutefois pas être analysé indépendamment des conditions d'environnement dans lesquelles le matériau est utilisé. En effet, des facteurs tels que l'humidité, la température ou encore les cycles thermo-hygrométriques peuvent influencer de manière significative la stabilité de la microstructure et la qualité des interfaces. Ces sollicitations environnementales peuvent entraîner des phénomènes de dégradation progressive, tels que l'absorption d'eau, le gonflement de la matrice, le décollement interfacial ou encore la microfissuration.

L'ensemble de ces mécanismes conduit, à plus long terme, à une évolution des propriétés mécaniques et à une diminution progressive des performances du matériau. Ainsi, la

dégradation cumulée de la microstructure et des propriétés mécaniques aboutit in fine à une réduction de la durée de vie en service du composite.

Ce modèle peut donc être synthétisé selon une chaîne causale multi-échelles :

Microstructure (dispersion, morphologie des charges, qualité de l'interface)

→ Transfert des contraintes

→ Propriétés mécaniques (module du Young, résistance, rigidité)

→ Sollicitations environnementales (humidité, température, vieillissement)

→ Mécanismes de dégradation progressive

→ Évolution des performances dans le temps

→ Durée de vie du matériau

2 Modèle micromécanique des propriétés mécaniques (reformulation développée):

Afin de mieux comprendre et quantifier le rôle de la microstructure sur les propriétés mécaniques d'un matériau composite, il est courant d'avoir recours à des modèles micromécaniques. Ces approches reposent sur l'idée que le matériau ne peut pas être considéré comme homogène à l'échelle microscopique, mais plutôt comme un système constitué de plusieurs phases distinctes interagissant entre elles.

Dans le cas des composites polymères chargés, on considère généralement un système biphasique composé d'une matrice polymère continue, qui assure la cohésion globale du matériau, et d'une phase dispersée de charges, dont la fonction principale est d'améliorer les performances mécaniques. Ces charges peuvent être minérales, organiques ou encore sous forme de fibres ou de particules, selon l'application visée.

Dans ce cadre, une relation simplifiée permettant d'estimer l'évolution du module élastique du composite peut être exprimée comme suit :

$$E_{composite} = E_{matrice}(1 + k \cdot \varphi) \quad 2-1$$

où chaque terme a une signification physique précise :

- $E_{composite}$ représente le module d'Young global du matériau composite,
- $E_{matrice}$ correspond au module d'Young de la matrice polymère seule,
- φ désigne la fraction volumique des charges incorporées dans le matériau
- k est un coefficient empirique qui regroupe plusieurs effets microstructuraux, notamment la forme des charges, leur taille, leur orientation éventuelle ainsi que la qualité de l'interface entre les charges et la matrice.

Ce modèle met en évidence plusieurs tendances fondamentales. Tout d'abord, lorsque la fraction volumique de charges augmente, la rigidité globale du matériau tend généralement à s'améliorer, car les charges jouent le rôle de renforts mécaniques en limitant la déformation de la matrice polymère. Ensuite, l'efficacité de ce renforcement dépend fortement de la qualité de l'adhésion entre les deux phases : une interface charge–matrice bien optimisée permet un transfert efficace des contraintes, ce qui améliore significativement les performances mécaniques du composite.

Cependant, ce comportement idéal n'est observé que si les charges sont correctement dispersées dans la matrice. En effet, une mauvaise dispersion peut conduire à la formation d'agglomérats ou de clusters de particules, qui agissent alors comme des défauts structuraux. Ces zones concentrées en charges peuvent réduire l'efficacité du renforcement, voire devenir des points de concentration de contraintes susceptibles d'initier des fissures ou des ruptures prématurées.

Ainsi, le modèle micromécanique souligne que les propriétés mécaniques d'un composite ne dépendent pas uniquement de la quantité de charges introduites, mais également de leur organisation spatiale, de leur morphologie et de la qualité des interactions interfaciales avec la matrice polymère.

3 Modèle de diffusion de l'humidité et impact sur les performances (reformulation développée):

Afin de mieux représenter l'influence des conditions environnementales sur les matériaux polymères, il est possible de considérer un modèle simplifié de diffusion de l'humidité dans le matériau. Ce type d'approche permet de décrire de manière analytique l'évolution de l'absorption d'eau au cours du temps et, par conséquent, ses effets sur les propriétés mécaniques.

Dans de nombreux polymères, l'absorption d'eau peut être approchée par une loi de diffusion exponentielle, traduisant une progression rapide au début, puis une saturation progressive lorsque le matériau se rapproche de son équilibre hygroscopique. Cette évolution peut être exprimée par la relation suivante :

$$\frac{M(t)}{M_{\infty}} = 1 - \exp(-k \cdot t) \quad 2-2$$

où $M(t)$ représente la masse d'eau absorbée à un instant donné t , tandis que M_{∞} correspond à la masse maximale d'eau que le matériau peut absorber à l'état de saturation. Le paramètre k est un coefficient caractéristique de diffusion, qui dépend à la fois de la nature du polymère, de sa microstructure et des conditions environnementales telles que la température et l'humidité relative.

L'intérêt principal de ce type de modélisation réside dans sa capacité à relier l'état hygroscopique du matériau à ses performances mécaniques. En effet, l'absorption d'eau provoque généralement des modifications structurelles à l'échelle microscopique, telles qu'un gonflement de la matrice polymère, une diminution des interactions inter-chaînes ou encore

une plastification du matériau. Ces phénomènes conduisent à une dégradation progressive des propriétés mécaniques, notamment de la rigidité.

Cette évolution peut être traduite par une relation simple reliant le module d'élasticité du matériau à la quantité d'eau absorbée :

$$E(t) = E_0 (1 - \alpha \cdot M(t)) \quad 2-3$$

Dans cette expression, $E(t)$ représente le module d'élasticité du matériau à un instant t , tandis que E_0 correspond au module initial à l'état sec. Le paramètre α est un coefficient de sensibilité qui quantifie l'influence de l'humidité sur la dégradation des propriétés mécaniques. Plus ce coefficient est élevé, plus le matériau est sensible à la présence d'eau.

Ainsi, en combinant ces deux relations, il devient possible de prédire l'évolution des performances mécaniques d'un polymère en fonction du temps d'exposition à un environnement humide. Ce modèle met clairement en évidence le lien direct entre la cinétique de diffusion de l'eau et la diminution progressive des performances structurelles, ce qui est essentiel pour l'évaluation de la durabilité des matériaux en conditions réelles d'utilisation.

4 Modèle de dégradation et estimation de la durée de vie:

La durée de vie d'un matériau peut être représentée de manière simplifiée à partir de l'évolution progressive de son état de dégradation au cours du temps. Dans ce cadre, on considère que les mécanismes d'endommagement s'accumulent de façon continue, conduisant progressivement à une perte de performance jusqu'à la rupture.

Le modèle peut être exprimé par une loi exponentielle de la forme :

$$D(t) = 1 - \exp(-\beta \cdot t) \quad 2-4$$

où :

° $D(t)$ représente le niveau de dégradation du matériau à l'instant t , compris entre 0 (matériau intact) et 1 (état de rupture théorique),

° β est un coefficient de dégradation caractérisant la vitesse d'endommagement du matériau, dépendant notamment des conditions d'environnement et des sollicitations appliquées,

° t correspond au temps d'exposition ou de service.

Ce type de formulation traduit l'idée que la dégradation est rapide au début, puis tend à ralentir à mesure que le matériau se rapproche d'un état critique, ce qui est cohérent avec certains phénomènes physiques de vieillissement.

La rupture du matériau est supposée intervenir lorsque le niveau de dégradation atteint une valeur critique définie :

$$D(t) = D_{crit} \quad 2-5$$

Ainsi, la durée de vie du matériau peut être déterminée en résolvant l'équation précédente pour le temps t , ce qui correspond au moment où le seuil critique de dégradation est atteint. Ce modèle permet de prendre en compte de manière globale plusieurs mécanismes de vieillissement et de dégradation, notamment :

° la fatigue thermique, liée aux cycles de température et aux variations thermomécaniques,

° le vieillissement hygrothermique, induit par l'action combinée de l'humidité et de la température sur la structure du matériau,

° la propagation progressive des fissures, qui contribue à l'augmentation continue du dommage interne.

Bien que simplifié, ce modèle offre un cadre utile pour décrire l'évolution temporelle de l'endommagement et est souvent utilisé comme base pour des approches plus complexes intégrant des couplages multiphysiques ou des effets non linéaires.

5 Modèle intégré (microstructure – environnement – durée de vie):

Au terme de l'analyse des différents facteurs influençant le comportement des matériaux, il est possible de proposer une approche globale et couplée permettant de relier directement la durée de vie d'un matériau à la fois à sa microstructure, à son environnement d'utilisation et à ses propriétés mécaniques. Cette approche intégrée vise à mieux représenter la réalité, dans laquelle ces paramètres n'agissent jamais de manière isolée, mais interagissent en permanence.

Dans cette perspective, la durée de vie peut être exprimée de manière fonctionnelle sous la forme suivante :

Durée de vie = f (microstructure, environnement, propriétés mécaniques)

De façon plus explicite et simplifiée, on peut considérer une relation qualitative mettant en évidence les tendances principales :

Durée de vie $\propto$ (Qualité de l'interface + Dispersion des charges) / (Humidité + Température + Défauts)

Cette expression met en évidence un équilibre entre, d'une part, les facteurs qui renforcent la stabilité du matériau et retardent son endommagement, et d'autre part, ceux qui accélèrent les phénomènes de dégradation.

Ainsi, plusieurs éléments jouent un rôle favorable dans l'amélioration de la durabilité du matériau. En particulier, une bonne dispersion des charges au sein de la matrice permet d'éviter les zones de concentration de contraintes, souvent responsables de l'initiation des fissures. De même, une interface solide et bien adhérente entre les phases (par exemple entre renforts et matrice dans un composite) assure un transfert efficace des efforts mécaniques, limitant ainsi les phénomènes de décohésion et de rupture prématurée. L'ensemble de ces

caractéristiques microstructurales contribue donc à augmenter significativement la résistance globale et, par conséquent, la durée de vie du matériau.

À l'inverse, certains facteurs environnementaux et structurels agissent comme des accélérateurs de dégradation. L'humidité, par exemple, peut provoquer des phénomènes de gonflement, d'hydrolyse ou de corrosion selon les matériaux considérés, affaiblissant progressivement les liaisons internes. Les variations ou cycles de température engendrent quant à eux des contraintes thermiques répétées, susceptibles de favoriser la fatigue et l'apparition de microfissures. Enfin, la présence de défauts initiaux (porosités, inclusions, microfissures) constitue des zones de fragilité qui concentrent les contraintes et servent souvent de points de départ à la rupture

En résumé, ce modèle intégré met clairement en évidence l'importance d'une optimisation conjointe de la microstructure et de la résistance environnementale pour maximiser la durabilité des matériaux. Il souligne que l'amélioration de la durée de vie ne dépend pas d'un seul paramètre, mais d'un compromis global entre qualité interne du matériau et conditions externes d'utilisation.

Chapitre3:
Méthodologie et Moyens Expérimentaux

Chapitre 3: Méthodologie et Moyens Expérimentaux

III.1-REVENDICATIONS

La création et la fabrication d'un joint de colle structurel renforcé à partir de particules végétales nécessitent de respecter les points suivants :

III.1.1. Procédé de fabrication d'un joint de colle structurel renforcé, caractérisé en ce qu'il consiste à introduire une charge végétale composée de graines de la plante d'Alfa (*Stipa tenacissima*), préalablement traitées thermiquement et broyées, au sein d'une matrice adhésive servant de base résine.

III.1.2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules de graines d'Alfa subissent un calibrage granulométrique rigoureusement contrôlé de manière à assurer une distribution homogène et à optimiser l'ancrage mécanique dans le joint de colle.

III.1.3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'introduction de la charge végétale dans la base adhésive s'effectue selon un dosage précis en utilisant un mélangeur à haute dispersion afin d'éviter la formation d'agglomérats.

Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le mélange hybride renforcé obtenu est appliqué entre les surfaces à assembler et est maintenu sous une pression constante de façon à permettre l'interpénétration de l'adhésif dans la porosité des particules d'Alfa lors de sa polymérisation et de son durcissement.

III.2-ABREGE DE L'INVENTION

Le développement de nouveaux matériaux de construction et d'assemblage nécessite aujourd'hui des solutions durables et performantes qui permettent de valoriser les ressources naturelles locales tout en répondant aux exigences mécaniques industrielles, et c'est ce qui nous a encouragé à choisir ce type de projet.

Le sujet concerne l'élaboration d'un nouveau procédé de collage utilisant une charge de renfort biosourcée intégrée dans la matrice adhésive. Pour cela, nous utilisons des particules issues de graines végétales à base d'Alfa (*Helfa*), traitées physiquement et thermiquement afin d'améliorer l'adhérence, la cohésion et la résistance du joint de colle aux sollicitations mécaniques et aux facteurs environnementaux. L'utilisation de ces constituants naturels permet de créer une synergie entre la résine et le renfort végétal pour obtenir un matériau

composite d'assemblage à haute performance.

À la fin de ce travail, nous effectuons des simulations numériques et des analyses expérimentales afin de déterminer les dosages optimaux de particules et de caractériser le comportement mécanique du joint renforcé, dans le but d'ajuster les propriétés du procédé selon les besoins spécifiques des applications industrielles visées.

III.3-Domaine technique auquel se rapporte l'invention

L'invention concerne un nouveau procédé de collage et de formulation d'adhésif renforcé par des bio-charges issues de la plante d'Alfa (Helfa). Le domaine technique de la présente invention se rapporte au génie des matériaux, à la chimie des polymères et aux éco-composites. Le procédé est destiné à améliorer les propriétés mécaniques, la durabilité et l'adhérence des joints de colle dans les secteurs du bâtiment, de l'ameublement et de l'industrie légère.

III.4-Etat de la technique antérieure

Le collage est une technique d'assemblage essentielle dans l'industrie moderne. Cependant, pour répondre aux exigences de résistance mécanique et de réduction de l'empreinte écologique, les colles conventionnelles (synthétiques) nécessitent souvent l'ajout de charges (fillers).

Les méthodes actuelles de renforcement des adhésifs reposent sur les techniques suivantes :

1. Utilisation de charges minérales (silice, carbonate de calcium) : Ces charges augmentent la rigidité de la colle mais alourdissent la structure et ont un bilan carbone élevé lors de leur extraction et transformation.
2. Renfort par fibres synthétiques (verre ou carbone) : Bien qu'offrant une excellente résistance, leur coût est élevé, elles sont difficiles à recycler et peuvent présenter des risques pour la santé lors de la manipulation des poussières.
3. Utilisation de colles naturelles pures (amidon, caséine) : Ces méthodes sont écologiques mais souffrent d'une faible résistance à l'humidité et de propriétés mécaniques limitées par rapport aux besoins structurels.
4. Additifs chimiques polymères : Ils améliorent l'élasticité mais augmentent la toxicité et le coût final du produit.
5. L'utilisation de la plante d'Alfa a jusqu'ici été principalement limitée à la fabrication de

papier ou à l'incorporation de fibres longues dans des matrices plastiques, délaissant souvent le potentiel mécanique des graines ou des particules fines issues de cette plante.

III.5-But de l'invention

L'une des plus grandes contraintes de l'industrie du collage est de trouver un équilibre entre la performance mécanique (résistance au cisaillement et à l'arrachement) et la durabilité environnementale. Le but de l'invention est de proposer un nouveau procédé de renforcement de la colle en incorporant des particules de graines végétales à base d'Alfa (Helfa). Ce procédé permet d'augmenter la surface de contact interne du joint de colle et de créer un réseau de micro-ancrages mécaniques, améliorant ainsi la cohésion de l'assemblage tout en valorisant une ressource naturelle locale.

III.6-Présentation de l'essence (la substance) de l'invention

L'essence de l'invention est un nouveau produit qui vise à augmenter le taux de stérilisation et de protection dans des environnements sensibles tels que les hôpitaux, les salles de soins et les usines produisant des médicaments et des produits semi-pharmaceutiques. C'est le résultat de l'utilisation de plusieurs matériaux qui facilitent la stérilisation. L'élimination des risques résultant des virus, microbes et champignons.

L'une des caractéristiques du produit est qu'il constitue l'une des raisons du traitement des déchets plastiques, car il contient des feuilles produites par le recyclage des déchets de PCV.

L'essence de l'invention réside dans l'utilisation de particules issues de graines d'Alfa comme agent de renforcement structurel au sein d'une matrice adhésive. Contrairement aux fibres de tiges, les graines d'Alfa possèdent une porosité et une rugosité de surface spécifique qui favorisent une liaison physico-chimique étroite avec la colle.

Le procédé consiste à préparer les graines par un cycle de séchage, broyage calibré et traitement de surface (alcalinisation légère) pour optimiser leur compatibilité avec la résine. Lors du mélange, ces bio-particules agissent comme des "ponts" mécaniques qui freinent la propagation des fissures au sein du joint de colle.

L'efficacité du renfort dépend de la granulométrie des particules (comprise entre 50 et 200 microns) et du dosage massique (généralement entre 5% et 15%). Ce mélange hybride permet d'obtenir un joint de colle moins fragile et plus résistant aux variations thermiques que la colle

pure.

III.7-Mode de réalisation de l'invention

Le dispositif et le procédé de collage sont basés sur les étapes suivantes :

1. Préparation de la charge végétale : Les graines d'Alfa sont nettoyées, broyées mécaniquement, puis tamisées pour obtenir une poudre homogène. Elles subissent un traitement thermique à basse température (environ 60°C) pour éliminer toute humidité résiduelle.
2. Mélange : La poudre de graines est incorporée progressivement à une base adhésive (époxy, polyuréthane ou vinylique) à l'aide d'un mélangeur à haute dispersion pour éviter les agglomérats.
3. Application : Le mélange ainsi obtenu est appliqué sur les surfaces à assembler. La présence des graines aide également à contrôler l'épaisseur du joint de colle (effet d'entretoise naturelle).
4. Polymérisation : L'assemblage est maintenu sous pression. Durant la phase de durcissement, la résine pénètre dans les micropores des graines d'Alfa, créant un verrouillage mécanique permanent.

Le résultat final est un assemblage composite haute performance, utilisant une ressource renouvelable et biodégradable pour réduire la consommation de polymères synthétiques tout en augmentant la solidité de l'union.

III.8-Procédé de la fabrication :

Axe : Protocole de préparation des particules d'alfa (diamètre inférieur à 1 mm)

Le processus de valorisation et de préparation des fibres d'alfa (*Stipa tenacissima*) en vue d'obtenir des particules micrométriques fines se déroule en quatre étapes fondamentales et successives :

1. Étape de prétraitement et de séchage

Le processus commence par la collecte des feuilles d'alfa, suivie d'un nettoyage mécanique afin d'éliminer les poussières et les impuretés en suspension. Ensuite, les feuilles subissent un séchage thermique dans une étuve de laboratoire thermo régulée à une température comprise entre 60 °C et 80 °C pendant une durée allant de 24 à 48 heures, jusqu'à stabilisation de leur masse sèche.

Objectif scientifique : Éliminer complètement l'humidité afin de rendre les fibres

cellulosiques plus fragiles (cassantes), ce qui facilite leur fragmentation et évite leur comportement élastique lors du broyage.

2. Étape de pré-découpage

En raison de la résistance mécanique élevée et de la longueur importante des fibres d'alfa, les feuilles séchées sont soumises à un pré-découpage (manuellement ou à l'aide de cisailles mécaniques) pour les transformer en petits fragments d'une longueur variant entre 1 et 2 cm. Cette étape est indispensable pour éviter le colmatage ou l'endommagement des lames des broyeurs fins.

3. Étape de broyage mécanique fin

À ce stade, les broyeurs sont alimentés par les fragments préalablement découpés. Pour atteindre la granulométrie ciblée, deux techniques de broyage sont généralement adoptées selon les équipements disponibles :

Broyeur à couteaux (Knife Mill) : Il assure le cisaillement des fibres à des vitesses de rotation très élevées jusqu'à ce qu'elles atteignent une taille leur permettant de passer à travers la grille de filtration interne du broyeur.

4. Étape de tamisage et de classification granulométrique

Afin de garantir l'homogénéité des échantillons et d'obtenir avec précision des particules dont le diamètre est inférieur à 1 mm, un protocole de tamisage vibratoire est appliqué :

Un tamis standardisé ayant des ouvertures de 1 mm (ou un tamis de 800 μm pour assurer une meilleure marge de sécurité) est utilisé.

La poudre est placée dans un tamiseur vibratoire (Vibrating Sieve Shaker) pendant une durée déterminée (par exemple 15 minutes).

Séparation : La fraction passant à travers le tamis (Passant $< 1 \text{ mm}$) est isolée pour être adoptée dans les essais ultérieurs, tandis que la fraction retenue sur le tamis (Refus $> 1 \text{ mm}$) est renvoyée vers l'unité de broyage pour être retraitée.



Figure3-1 Fibres d'Alfa broyées

Étape complémentaire : Traitement chimique par l'hydroxyde de sodium (NaOH)

1. Préparation de la solution alcaline : Une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH) a été préparée à une concentration pondérale de 5% (m/v) par dissolution de pastilles de soude dans de l'eau distillée.

2. Immersion et agitation mécanique : Les fragments d'alfa préalablement découpés ont été entièrement immergés dans la solution de NaOH à 5%. Le mélange a été soumis à une agitation mécanique continue à température ambiante pendant une demi-heure (30 minutes) afin d'assurer une interaction homogène.

Effet scientifique : Ce traitement rapide permet de décaper la couche cireuse superficielle et d'éliminer une partie des constituants amorphes (lignine et hémicellulose), ce qui augmente la rugosité de surface des fibres et favorise leur fragilisation pour le broyage ultérieur.

3. Lavage abondant et neutralisation : À l'issue des 30 minutes d'agitation, les fibres ont été séparées de la solution alcaline, puis soumises à un lavage abondant et répété exclusivement à l'eau distillée. Le processus de lavage a été maintenu jusqu'à l'élimination totale des traces de soude et l'obtention d'un pH neutre ($\text{pH} \approx 7$) des eaux de rinçage.

4. Séchage final : Les fibres d'alfa traitées et lavées ont été introduites dans une étuve thermorégulée entre 60 °C et 80 °C pendant 24 heures afin d'éliminer complètement l'humidité résiduelle, rendant ainsi les fibres prêtes et optimales pour l'étape de broyage mécanique fin.

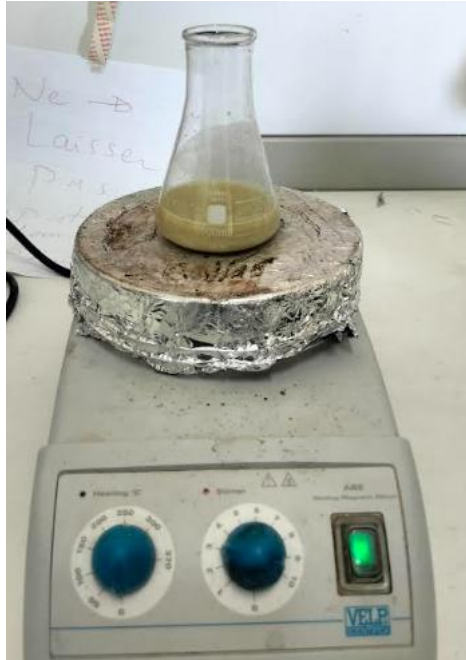


Figure3-2 Traitement par Na Oh

Axe : Protocole de préparation de la poudre d'alumine (Al_2O_3) et son activation chimique

I. Étape de broyage mécanique et préparation de la poudre

En raison de la dureté élevée de l'alumine (Al_2O_3), le protocole suivant est appliqué :

Broyage à billes à haute énergie (Ball Milling) : Les grains d'alumine bruts sont introduits dans un broyeur à boulets (en agate ou en carbure de tungstène). Le processus utilise l'impact et la friction à haute vitesse pour fragmenter la structure céramique.

Tamissage : La poudre obtenue est passée à travers des tamis de laboratoire micrométriques pour s'assurer d'une distribution granulométrique homogène (inférieure à la taille requise).

II. Étape de traitement et d'activation chimique par NaOH

1. Préparation de la solution alcaline : Une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH) a été préparée à une concentration pondérale de 5% (m/v) dans de l'eau distillée.

2. Immersion et agitation mécanique : La poudre d' Al_2O_3 a été entièrement immergée

dans la solution de NaOH à 5%. Le mélange a été soumis à une agitation continue à température ambiante pendant une demi-heure (30 minutes).

Effet scientifique : Ce traitement permet l'hydroxylation de la surface des particules d'alumine en favorisant la formation de groupements hydroxyles (OH). Cela augmente l'énergie de surface et améliore l'adhésion interfaciale lors de son incorporation ultérieure dans une matrice polymère ou adhésive.

3. Lavage et neutralisation : À l'issue des 30 minutes, la poudre est séparée par centrifugation ou par filtration sous vide. Elle est ensuite lavée abondamment et de manière répétée exclusivement à l'eau distillée jusqu'à élimination totale des ions alcalins libres et obtention d'un pH neutre ($\text{pH} \approx 7$).

4. Séchage final : La poudre d'alumine activée et lavée est séchée dans une étuve thermorégulée entre 80 °C et 100 °C pendant 24 heures afin d'éliminer toute l'humidité résiduelle.



Figre3-3 Série des tamis

Axe : Protocole de préparation et d'application de la matrice polymère (Adhésif Époxy Composant)

Pour la préparation de la matrice liante, un adhésif époxy bi-composant de type (Epoxy Steel / Fast Weld AB) a été utilisé. Le protocole expérimental a été appliqué comme suit :

1. Dosage et proportions des composants

Le système d'adhésion se compose de deux tubes distincts :

Composant (A) : La résine époxy (Resin).

Composant (B) : Le durcisseur (Hardener).

Les deux composants ont été dosés à parts égales selon un ratio volumique ou pondéral équivalent de (1:1), conformément aux recommandations du fabricant, afin d'assurer une réaction de réticulation tridimensionnelle optimale.

2. Mélange et incorporation des charges

Les composants (A) et (B) ont été vigoureusement mélangés mécaniquement jusqu'à l'obtention d'une pâte parfaitement homogène.

[Optionnel pour l'incorporation] : Les fractions massiques prédéterminées des particules d'alfa et de la poudre d'alumine (Al_2O_3) ont été introduites progressivement durant cette phase pour garantir une dispersion uniforme des charges au sein de la matrice et éviter les phénomènes d'agglomération.

3. Mise en forme et cinétique de durcissement

Étant donné que cet époxy est à prise rapide (Kwik-Set / 4 Minutes), le mélange a été immédiatement coulé dans les moules expérimentaux juste après l'homogénéisation pour devancer le début de la gélification.

Les éprouvettes ainsi formées ont été maintenues à température ambiante pendant une période appropriée (généralement 24 heures) pour atteindre un durcissement complet (Full cure) avant de procéder aux caractérisations mécaniques.

Axe : Protocole d'essais de vieillissement accéléré (Hydrothermique et Photo-chimique)

Afin d'évaluer la durabilité et la stabilité des propriétés physico-mécano-chimiques des composites élaborés face aux agressions environnementales, un protocole de vieillissement combiné a été mis en œuvre :

I. Vieillissement Hydrothermique (Effet combiné de l'eau et de la chaleur)

Cette étape vise à analyser la cinétique de sorption d'eau et la dégradation de l'interface matrice/charges :

Immersion : Les éprouvettes ont été totalement immergées dans un bain d'eau distillée afin d'éviter tout dépôt salin en surface.

Source thermique : Le four a été placé dans une étuve régulée à une température constante (généralement entre 50 °C et 70 °C) pour accélérer la diffusion des molécules d'eau au sein de la matrice polymère.

Suivi temporel : Les échantillons ont été retirés à des intervalles de temps réguliers pour être pesés (suivi de la cinétique de diffusion Fickienne) avant de subir les tests destructifs.



Figure3-4 Four électrique a convection

II. Vieillissement Photo-chimique sous Rayonnement UV

Pour simuler la dégradation par le rayonnement solaire, le système de post-traitement Anycubic Wash & Cure 3 a été exploité :

Configuration : L'appareil a été configuré en mode polymérisation (Cure Mode). Les éprouvettes ont été disposées de manière homogène sur la plateforme rotative.

Source de rayonnement : Le vieillissement est assuré par des barres de LED UV émettant à une longueur d'onde de 405 nm, optimisées par le col de cygne orientable (FlexiCure) pour une exposition uniforme des zones d'ombre.

Exposition : Les échantillons ont subi des cycles d'irradiation d'une durée cumulée définie.

Effet scientifique : Ce rayonnement UV provoque une photo-oxydation de la résine époxy réticulée, entraînant une scission de chaînes macromoléculaires, souvent caractérisée par un jaunissement de la matrice et une fragilisation de l'interface interfaciale avec les charges (halfa et alumine).



Figure3-5 Machine de post-traitement

Axe : Protocole expérimental de l'essai de traction mécanique

Afin de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales du matériau composite élaboré (module de Young, résistance maximale à la traction et allongement à la rupture), un essai de traction uniaxiale a été réalisé selon le protocole suivant :

1. Préparation et géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes ont été découpées sous forme de bandes rectangulaires de dimensions standardisées, conformément à la norme ISO 527 (ou ASTM D638) relative aux plastiques renforcés et composites. Avant chaque essai, l'épaisseur et la largeur de la section utile ont été mesurées avec précision à l'aide d'un palmer (micromètre) afin de calculer la section transversale initiale (A_0).

2. Configuration de la machine d'essais universelle

Les essais ont été menés sur une machine d'essais universelle équipée d'une cellule de charge appropriée :

L'éprouvette a été fixée verticalement et rigoureusement entre les mors supérieur et inférieur de la machine pour éviter tout glissement, tout en assurant un alignement axial parfait afin d'exclure les contraintes de flexion parasites.

La vitesse de traverse (vitesse de chargement) a été configurée à une valeur constante et faible (généralement entre 1 et 5 mm/min) pour garantir des conditions de sollicitation quasi-statiques.

3. Déroulement de l'essai et acquisition des données

Une fois l'essai lancé, le mors mobile applique une force de traction axiale progressive jusqu'à la rupture complète de l'éprouvette.

Le système d'acquisition informatisé enregistre en temps réel l'évolution de la force appliquée (F) en fonction du déplacement (ΔL). Ces données brutes permettent ensuite de tracer les courbes de comportement contrainte-déformation (σ , ϵ) pour chaque échantillon.

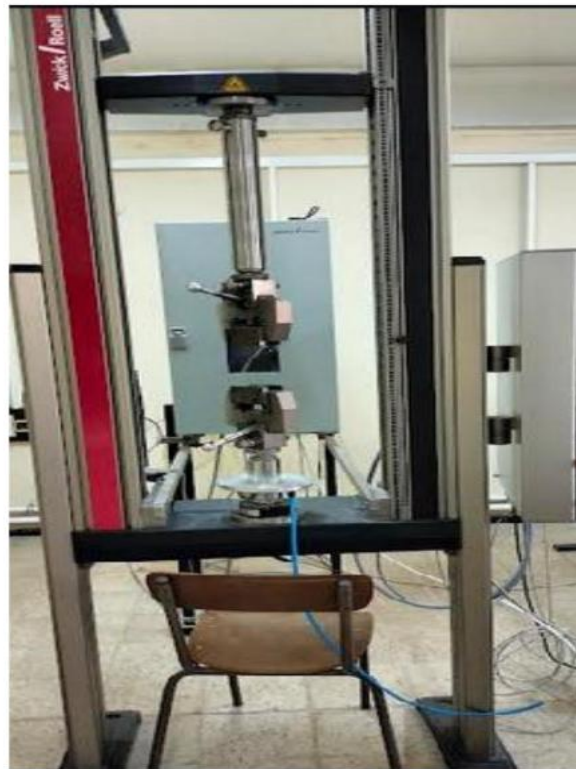


Figure3-6 Machine d'essais Servohydrauliques

Chapitre4:
résultats et discussion

Chapitre 4 résultats et discussion

IV.1 introduction:

Ce quatrième chapitre est dédié à la présentation et à l'analyse approfondie des résultats expérimentaux obtenus. Nous procéderons à une discussion détaillée de ces données afin d'évaluer les performances des matériaux étudiés. Enfin, une comparaison avec la littérature nous permettra de valider nos interprétations et de consolider nos conclusions.

L'analyse de la Figure4-1

permet de tirer les conclusions suivantes concernant l'impact de l'incorporation de charges brutes (sans traitement) dans la matrice adhésive :

L'adhésif non chargé présente la contrainte à la rupture la plus faible (environ 32 MPa) mais possède la déformation à la rupture la plus élevée (proche de 2%). Cela traduit un comportement plus ductile mais moins résistant par rapport aux formulations chargées.

L'ajout de 2,5% d'alumine augmente la rigidité (pente de la courbe) et la contrainte maximale (environ 41 MPa), tout en réduisant légèrement la déformation à la rupture (1,5%).

Adhésif + 5% alumine (courbe cyan) : En augmentant le taux d'alumine à 5%, on observe une amélioration drastique des propriétés mécaniques. La contrainte à la rupture atteint sa valeur maximale sur ce graphique (environ 65 MPa) avec une rigidité très élevée, bien que la déformation maximale chute à environ 1,25%. Les nanoparticules ou microparticules d'alumine agissent efficacement comme des agents de renfort rigides, limitant la mobilité des chaînes polymères de l'adhésif et augmentant sa résistance mécanique.

L'introduction de 2,5% de fibres/particules d'Alfa brutes améliore la contrainte maximale (environ 36 MPa) par rapport à l'adhésif pur, avec une déformation à la rupture d'environ 1,75%.

Adhésif + 5% halfa (courbe bleue) : À 5% d'Alfa, la contrainte augmente encore pour atteindre environ 43 MPa et la rigidité s'accroît, mais la déformation maximale diminue (1,5%).

À taux de charge équivalent (que ce soit à 2,5% ou à 5%), l'alumine offre des performances mécaniques supérieures en traction (contrainte et rigidité) par rapport à l'Alfa brute.

Cela s'explique généralement par la rigidité intrinsèque plus élevée de l'alumine (charge céramique) d'une part, et d'autre part, par la compatibilité potentiellement limitée de l'Alfa

brute (hydrophile) avec la matrice adhésive (souvent hydrophobe), ce qui limite le transfert de charge optimal à l'interface fibre/matrice lorsque les fibres ne sont pas traitées.

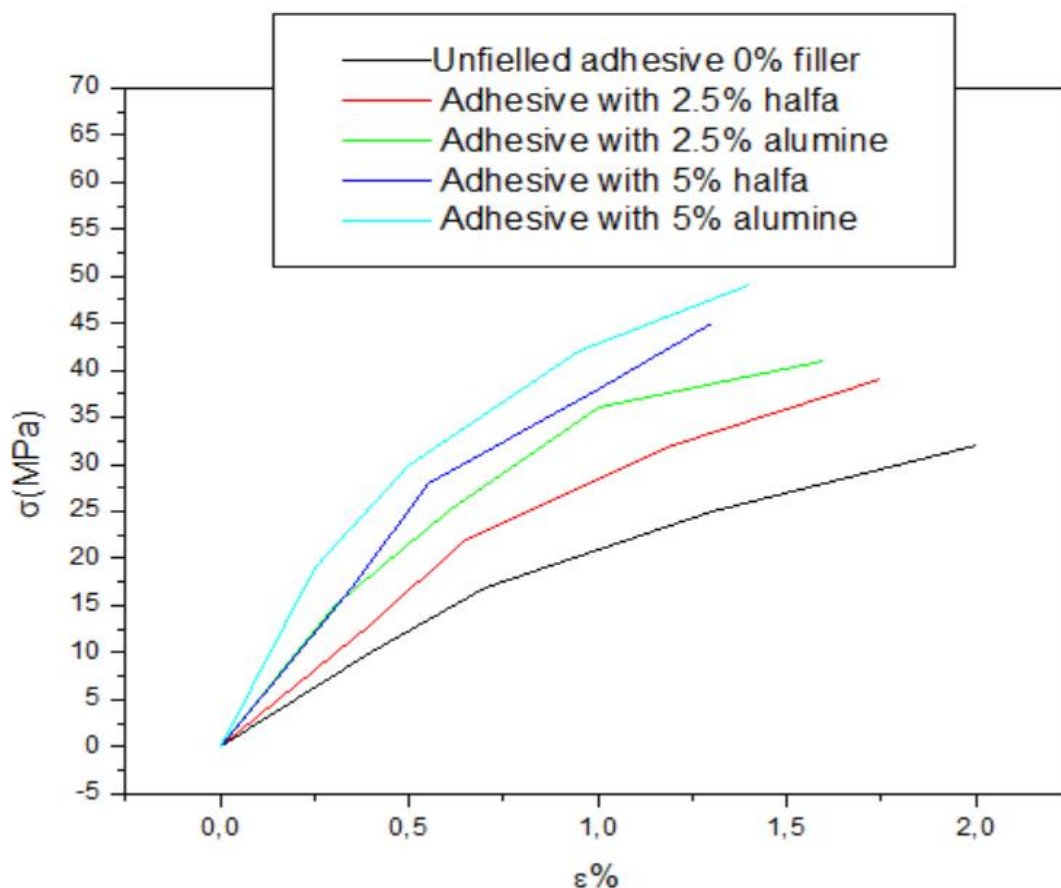


Figure4-1 effet des additifs sur la durabilité de l'adhésif

L'analyse de la Figure 4-2

permet de mettre en évidence l'impact du traitement chimique de surface au Na Oh sur les propriétés mécaniques de l'adhésif renforcé :

1. Comportement global par rapport à la référence (0% filler)

Comme pour les charges brutes, l'introduction de charges traitées augmente significativement la rigidité et la contrainte maximale par rapport à l'adhésif pur non chargé (courbe noire).

2. Effet du traitement alcalin sur l'Alfa (halfa)

Adhésif + 2.5% halfa traité (courbe rouge) : La contrainte maximale atteint environ 48 MPa pour une déformation à la rupture d'environ 1,65%.

Adhésif + 5% halfa traité (courbe bleue) : La contrainte à la rupture grimpe à environ 47 MPa

avec une déformation maximale d'environ 1,5%.

Comparaison avec la Figure 1 (charges brutes) : Le traitement alcalin (NaOH) améliore de façon remarquable les performances de l'Alfa. Pour le taux de 5%, la contrainte passe d'environ 43 MPa (brute) à près de 47 MPa (traitée). L'alcalinisation nettoie la surface des fibres végétales en éliminant une partie des impuretés, de la lignine et de l'hémicellulose. Cela augmente la rugosité de la surface de la fibre et expose davantage de groupements hydroxyle, ce qui améliore grandement l'accrochage mécanique et l'adhésion interfaciale avec la matrice polymère.

3. Effet du traitement alcalin sur l'Alumine (Al_2O_3)

Adhésif + 2.5% alumine traité (courbe verte) : Présente une excellente résistance avec une contrainte maximale d'environ 53 MPa pour une déformation de 1,5%.

Adhésif + 5% alumine traité (courbe cyan) : Cette configuration offre les performances les plus élevées du graphique, atteignant une contrainte à la rupture de 55 MPa pour une déformation de 1,2%.

Observation importante (L'anomalie de l'alumine brute vs traitée) : Si l'on compare rigoureusement à la Figure 4_1, on remarque que l'alumine brute à 5% atteignait environ 65 MPa, alors qu'après traitement alcalin à 5%, elle s'établit à 55 MPa. Le traitement au NaOH (qui est une base forte) est principalement conçu pour modifier la chimie des fibres naturelles (Alfa). Sur une charge céramique comme l'alumine, un traitement alcalin agressif ou inadapté peut induire des modifications chimiques de surface indésirables ou aggraver les phénomènes d'agglomération des particules dans la matrice, ce qui explique une légère baisse d'efficacité par rapport à son état brut optimal.

4. Évolution de la ductilité

Le traitement chimique ne modifie pas la tendance générale de rigidification : plus le taux de charge augmente (de 2,5% à 5%), plus la déformation à la rupture diminue (les courbes s'arrêtent plus tôt sur l'axe des ϵ), traduisant un matériau plus fragile mais beaucoup plus résistant.

Le traitement d'alcalinisation remplit parfaitement son rôle d'optimiseur d'interface pour la charge biosourcée (Alfa), permettant un meilleur transfert des efforts de la matrice vers les fibres. En revanche, pour l'alumine, l'état brut (Figure 1) restait plus performant à haut taux de

charge (5%).

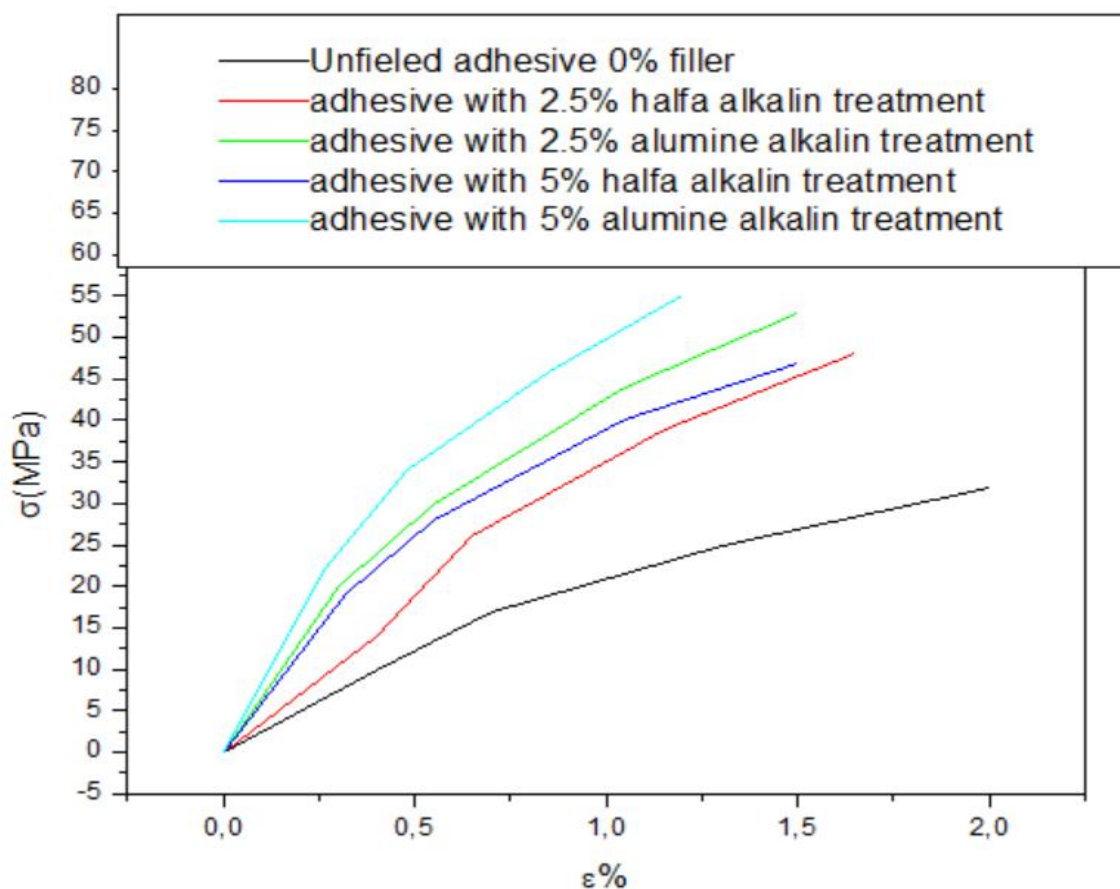


Figure4-2 effet du traitement des additifs par l'alcalinisation (l'utilisation de l'hydroxyde de sodium)

L'analyse de la Figure4-3

permet d'évaluer l'impact de la combinaison (hybridation) des deux charges brutes (l'Alfa et l'alumine) au sein de la même matrice adhésive, en comparaison avec l'adhésif pur :

Toutes les formulations combinées (courbes rouge, verte et bleue) présentent une nette amélioration de la rigidité (pente de la courbe) et de la contrainte mécanique maximale par rapport à l'adhésif pur non chargé (courbe noire, environ 32 MPa).

Adhésif + 5% halfa + 2.5% alumine (courbe rouge) : Cette configuration, la plus chargée en fibres d'Alfa, présente une augmentation progressive de la contrainte pour atteindre sa valeur maximale à environ 51 MPa pour une déformation à la rupture de 1,5%.

Adhésif + 5% halfa + 5% alumine (courbe verte) : En augmentant le taux d'alumine à 5% tout en maintenant 5% d'Alfa, la rigidité initiale augmente. La contrainte maximale atteint environ

48 MPa avec une déformation à la rupture réduite à 1,2%.

Adhésif + 2.5% halfa + 5% alumine (courbe bleue) : Cette formulation (plus riche en alumine qu'en Alfa) montre la rigidité la plus élevée en début de traction (pente la plus raide). Elle atteint une contrainte à la rupture d'environ 45 MPa pour une déformation d'environ 1,3%.

En comparant avec les charges uniques de la Figure 1, le fait de mélanger 5% d'Alfa avec 2,5% d'alumine (courbe rouge, 51 MPa) donne un résultat supérieur à l'Alfa seule à 5% (43 MPa). L'ajout de l'alumine rigide comble les espaces interparticulaires et renforce la matrice polymère entourant les fibres d'Alfa.

On remarque que la formulation à plus forte teneur globale en charges (5% halfa + 5% alumine, courbe verte) n'est pas la plus performante en termes de contrainte mécanique (48 MPa) et s'avère plus fragile. À un taux global de 10% de charges brutes, des phénomènes d'agglomération de particules et un manque de matrice adhésive disponible pour enrober correctement les additifs peuvent créer des zones de concentration de contraintes (sites d'amorce de fissures), limitant ainsi le transfert de charge optimal.

L'hybridation des charges brutes est une stratégie efficace pour moduler les propriétés de l'adhésif. La formulation 5% halfa + 2.5% alumine (courbe rouge) offre le meilleur compromis ici, en maximisant la résistance à la rupture (51 MPa) tout en conservant une capacité de déformation raisonnable (1,5%).

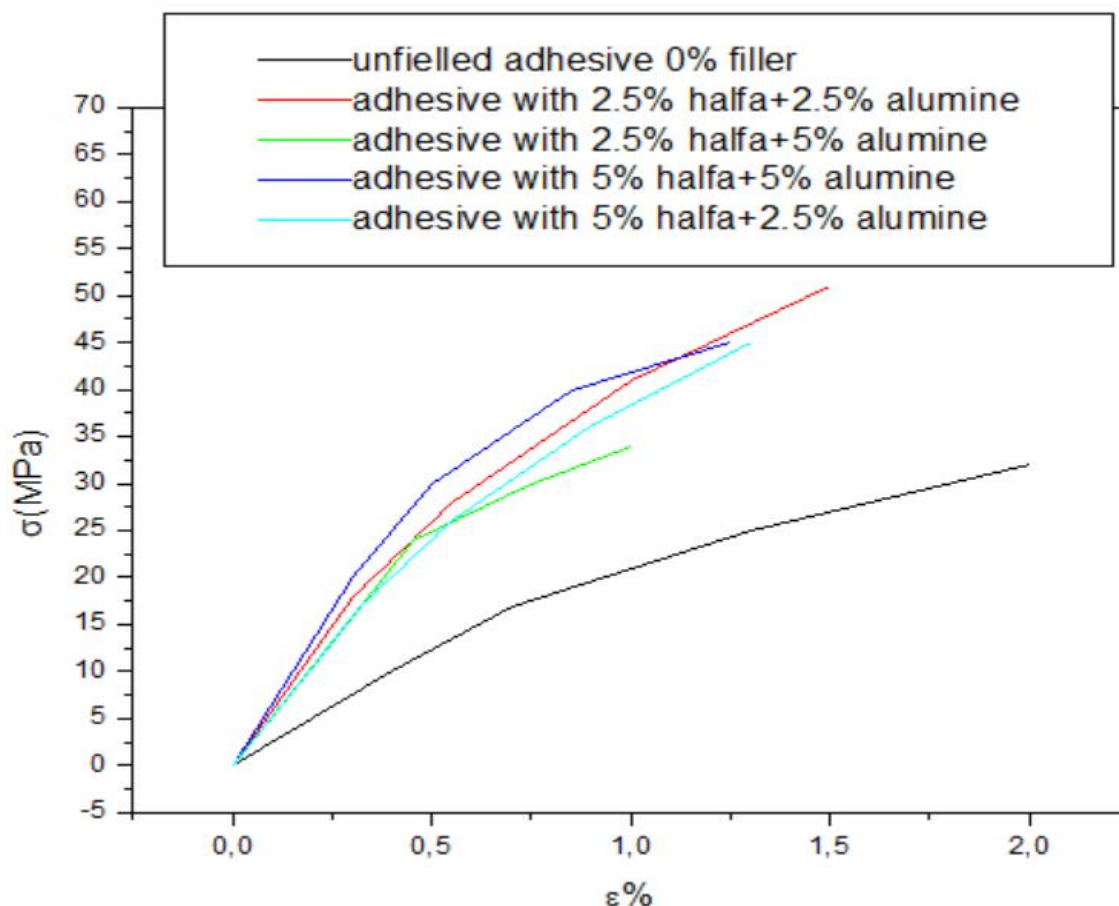


Figure4-3 effet du mélange des additifs (formulation)

L'analyse de la Figure4-4

permet d'évaluer la durabilité et la résistance des différentes formulations d'adhésifs après exposition à un environnement humide, en mettant en comparaison l'adhésif pur et les charges traitées chimiquement :

Après exposition à l'humidité, l'adhésif pur montre une contrainte à la rupture d'environ 23 MPa pour une déformation maximale d'environ 2,2%.

En comparant avec son état initial (Figure 1, où $\sigma = 32$ MPa et $\varepsilon = 2,0\%$), on observe une nette chute de la contrainte mécanique associée à une augmentation de la déformation maximale. C'est le phénomène classique de plastification induit par l'absorption d'eau : les molécules d'eau s'insèrent entre les chaînes macromoléculaires de l'adhésif, augmentant leur mobilité, ce qui rend le matériau plus souple mais moins résistant.

Adhésif + 5% halfa alkaline treatment (courbe rouge) : Cette formulation atteint une contrainte

maximale d'environ 37 MPa pour une déformation de 1,7%. Bien qu'elle subisse une baisse par rapport à son état sec équivalent (Figure 2, $\sigma = 47$ MPa), elle conserve des propriétés supérieures à l'adhésif pur non chargé. L'Alfa, bien que d'origine végétale (naturellement hydrophile), résiste mieux ici grâce au traitement alcalin qui a éliminé les composants les plus sensibles à l'eau (hémicellulose) et amélioré l'étanchéité de l'interface fibre/matrice.

Adhésif + 2.5% halfa + 2.5% alumine alcalin treatment (courbe bleue) : La formulation hybride affiche une contrainte maximale d'environ 42 MPa pour une déformation de 1,6%. La combinaison de la charge minérale stable (alumine) et de l'Alfa traitée permet de limiter la pénétration de l'eau et de maintenir un bon réseau de transfert de charges, limitant les effets néfastes de l'humidité.

Adhésif + 5% alumine alcalin treatment (courbe verte) : Cette formulation présente les performances les plus élevées après vieillissement humide, avec une contrainte maximale atteignant environ 50 MPa pour une déformation de 1,3%. L'alumine, de nature inorganique, n'absorbe pas l'eau. Elle agit comme une barrière physique efficace contre la diffusion des molécules d'eau à travers la matrice adhésive, préservant ainsi la rigidité et la résistance globale de l'adhésif.

Évolution de la rigidité et de la ductilité

Malgré la plastification générale causée par l'humidité (qui tend à allonger les courbes vers la droite), le classement de la rigidité reste inchangé : l'alumine seule (5%) offre la plus forte pente (le comportement le plus rigide), suivie de la formulation hybride, puis de l'Alfa seule (5%).

L'exposition à l'humidité dégrade les propriétés mécaniques de toutes les formulations par plastification de la matrice polymère. Cependant, l'incorporation de charges traitées en particulier l'alumine à 5% (courbe verte) et le mélange hybride (courbe bleue) permet de stabiliser l'adhésif et d'atténuer significativement cette perte de performances en bloquant efficacement la diffusion de l'eau.

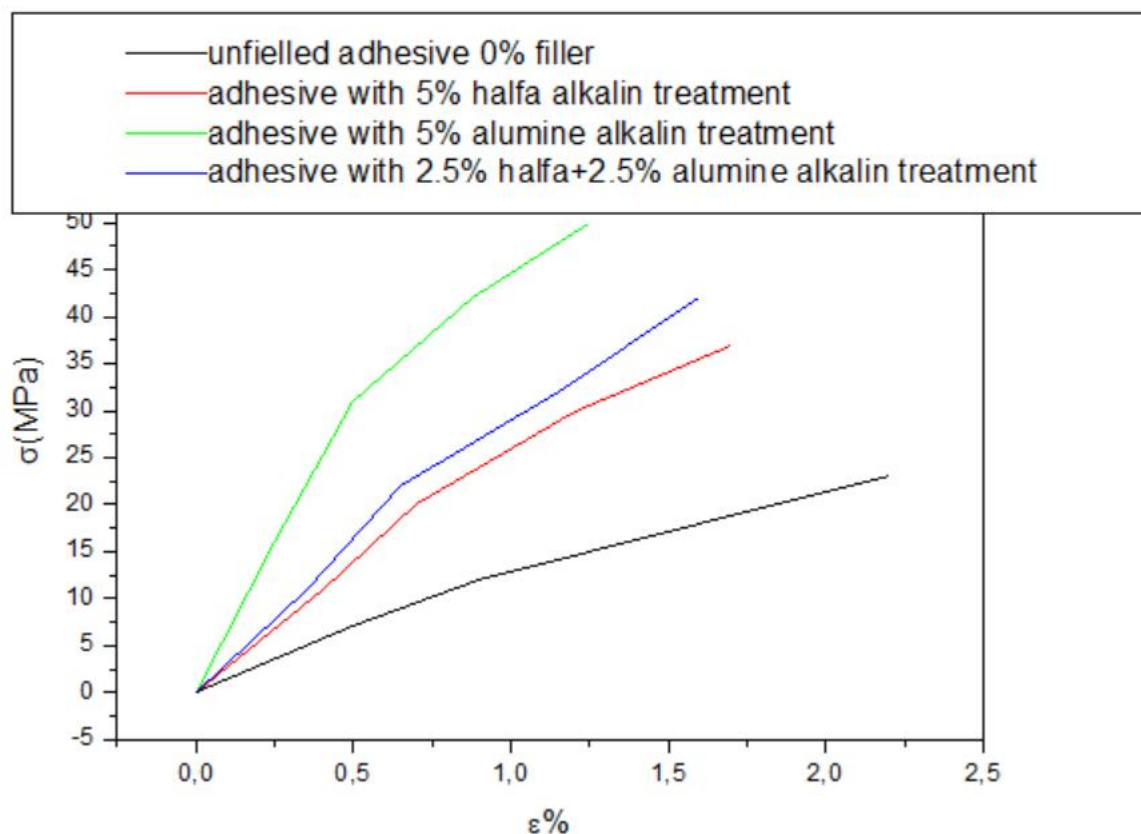


Figure 4-4 effet du l'humidité

L'analyse de la Figure 4-5

permet d'évaluer la stabilité thermique et la durabilité des différentes formulations d'adhésifs après une exposition prolongée à la chaleur :

Après 72 heures à 70°C, l'adhésif non chargé présente une contrainte à la rupture d'environ 40 MPa pour une déformation maximale d'environ 1,5%.

Observation importante (Effet de post-réticulation) : En comparant avec son état initial à température ambiante (Figure 1, où $\sigma=32$ MPa et $\epsilon=2,0\%$), on constate que l'exposition thermique a augmenté sa contrainte à la rupture tout en diminuant sa déformation. Ce phénomène est caractéristique d'une post-réticulation (post-curing) induite par la chaleur : l'énergie thermique réactive les monomères résiduels, augmentant la densité des liaisons chimiques au sein du réseau polymère, ce qui rend la matrice plus rigide et résistante, mais plus fragile.

Adhésif + 5% halfa alkaline treatment (courbe rouge) : Cette formulation atteint une contrainte maximale remarquable d'environ 56 MPa pour une déformation de 1,1%. Le traitement alcalin

appliqué à l'Alfa a éliminé les composants volatils et thermiquement instables (comme les hémicelluloses), conférant aux fibres une meilleure stabilité thermique qui s'associe positivement au durcissement de la matrice.

Adhésif + 2.5% halfa + 2.5% alumine alkalin treatment (courbe bleue) : La formulation hybride affiche des performances quasiment identiques à celles de l'Alfa seule, avec une contrainte maximale d'environ 57 MPa pour une déformation de 1,2%. La synergie entre la charge minérale stable et la fibre végétale traitée offre une excellente tenue face aux contraintes thermo-mécaniques.

Adhésif + 5% alumine alkalin treatment (courbe verte) : Cette configuration offre les performances mécaniques les plus élevées après vieillissement thermique, atteignant une contrainte à la rupture de 59 MPa pour une déformation de 1,1%. L'alumine, grâce à sa conductivité et sa stabilité thermique intrinsèque élevée, dissipe efficacement l'énergie et limite les phénomènes de dégradation locale de la matrice polymère.

Sur l'ensemble des courbes (particulièrement visibles sur les courbes verte, bleue et rouge), on remarque un changement de pente très net aux alentours d'une déformation de 0,5%. Ce coude marque la limite élastique du matériau, au-delà de laquelle l'adhésif entre dans un domaine de déformation plastique. Le vieillissement thermique a rendu cette transition beaucoup plus abrupte (comportement plus cassant) par rapport aux essais initiaux.

Le vieillissement thermique à 70°C pendant 72 heures agit initialement comme un traitement de recuit bénéfique en rigidifiant la matrice par post-réticulation. L'association de ce phénomène avec l'incorporation de charges stables et traitées (notamment l'alumine à 5% et le mélange hybride) permet d'atteindre des niveaux de résistance mécanique très élevés (57 à 59MPa), consolidant la durabilité structurale de l'adhésif sous température modérée.

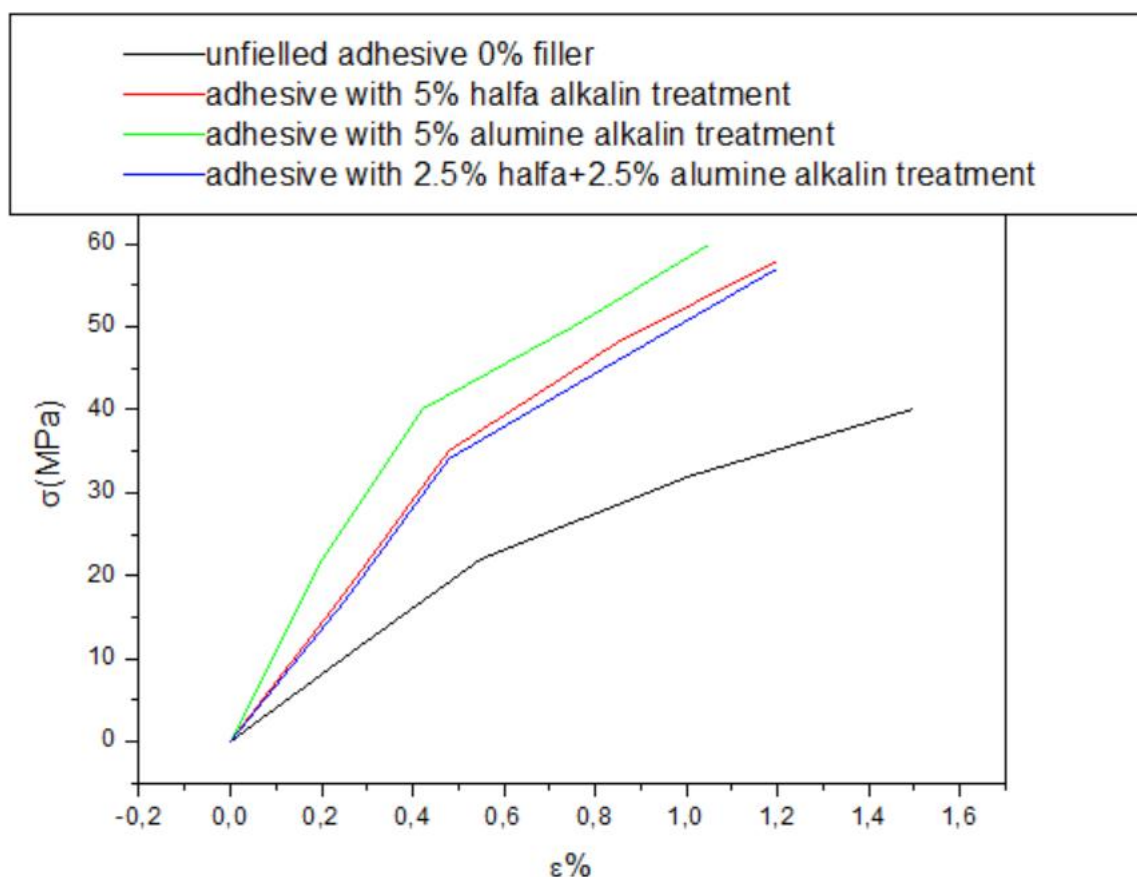


Figure 4-5 L'effet thermique ou vieillissement accéléré à 70°C pendant 72 heures

L'analyse de la Figure 4-6

permet de mettre en évidence la résistance et la cinétique de dégradation par photodégradation des différentes formulations d'adhésifs exposées aux rayons UV :

Après exposition aux rayonnements UV, l'adhésif pur affiche une contrainte maximale d'environ 28 MPa pour une déformation à la rupture de 1,6%.

En comparant avec son état initial (Figure 1, où $\sigma=32$ MPa et $\epsilon=2,0\%$), on observe une baisse conjointe de la résistance mécanique et de la ductilité. Le rayonnement UV provoque une photodégradation de la matrice polymère (scission de chaînes macromoléculaires et création de radicaux libres), ce qui affaiblit le réseau structural et accélère la rupture prématurée du matériau.

Adhésif + 5% halfa alkaline treatment (courbe rouge) : Cette formulation atteint une contrainte maximale d'environ 41 MPa pour une déformation de 1,4%. L'introduction de l'Alfa traitée offre une meilleure tenue par rapport à l'adhésif pur. Bien que les fibres végétales soient elles-mêmes sensibles aux UV (dégradation de la lignine résiduelle), le traitement alcalin préalable

a stabilisé l'interface, limitant la propagation des microfissures induites par la matrice dégradée.

Adhésif + 2.5% halfa + 2.5% alumine alkalin treatment (courbe bleue) : Le mélange hybride affiche de très bonnes performances avec une contrainte à la rupture de 45 MPa pour une déformation de 1,35%. La présence combinée de l'alumine et de l'Alfa crée un réseau de renfort complémentaire qui compense la perte de cohésion de la matrice polymère sous l'effet des radiations.

Adhésif + 5% alumine alkalin treatment (courbe verte) : Cette configuration surpasse toutes les autres, atteignant une contrainte à la rupture d'environ 51 MPa pour une déformation limitée à 1,25%.

L'excellent comportement de la formulation à 5% d'alumine s'explique par le fait que les particules d'alumine agissent comme un bouclier anti-UV (effet d'écran ou UV screening). En dispersant et en absorbant une partie du rayonnement ultraviolet incident, les particules de charge minérale protègent les couches sous-jacentes de la matrice polymère contre la scission photo-chimique de ses liaisons, préservant ainsi une rigidité et une contrainte élevées.

Le rayonnement ultra-violet agresse la matrice adhésive et altère ses propriétés mécaniques par photodégradation. L'incorporation de charges permet de limiter cette perte de performances. L'alumine à 5% (courbe verte) confirme ici son rôle majeur de stabilisateur environnemental en offrant la meilleure protection physique contre le vieillissement sous UV.

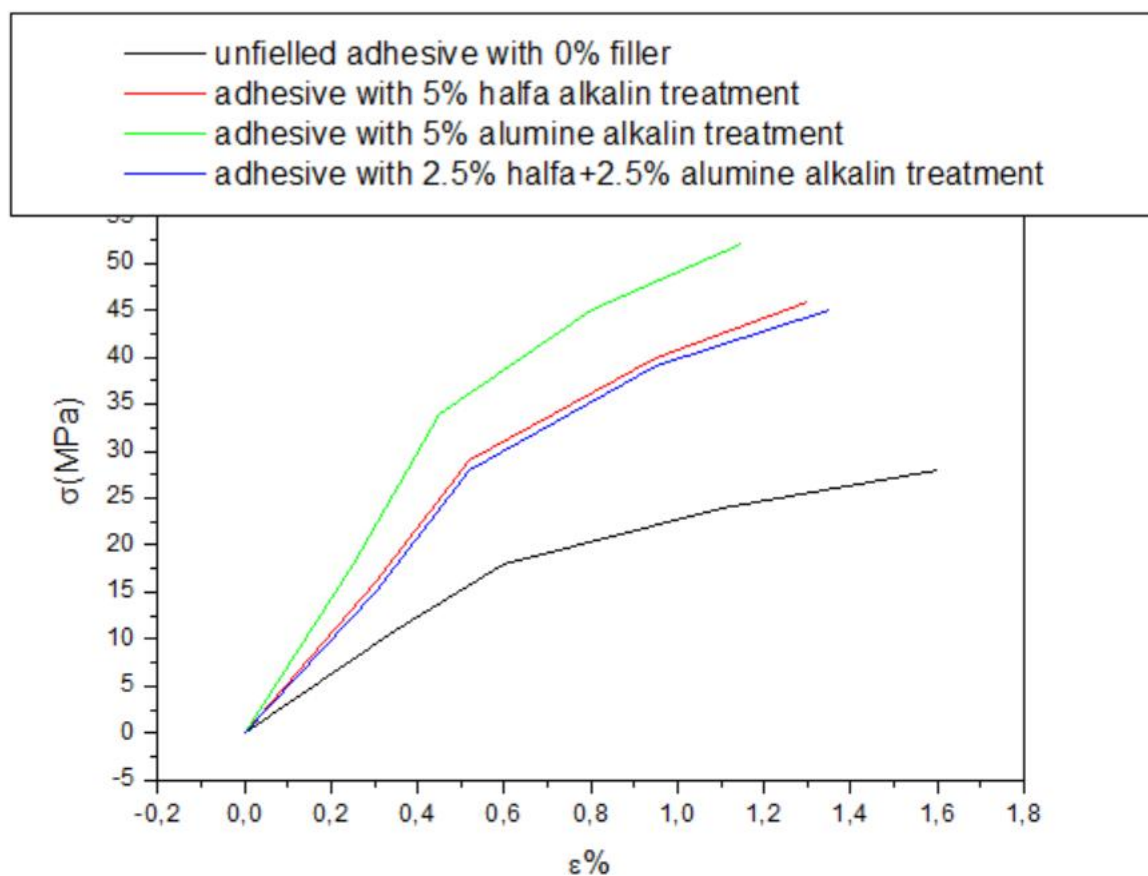


Figure4-6 L'effet du vieillissement sous rayonnement ultra-violet

La Figure 4-2-1

présente la matrice d'un plan d'expériences comptant 11 essais (Exp No 1 à 11). Ce plan étudie l'influence de deux facteurs d'entrée sur une variable de réponse mécanique.

Run Order (Ordre d'exécution) : On remarque que l'ordre des essais est randomisé (ex: l'essai N3 est exécuté en 1er, l'essai N10 en 2e, etc.). Cela permet de s'affranchir des erreurs systématiques ou des dérives temporelles lors des tests en laboratoire.

Incl/Excl : Tous les essais portent la mention "Incl" (Inclus), ce qui signifie que l'intégralité des 11 points expérimentaux a été validée et exploitée pour construire le modèle prédictif.

Les deux facteurs d'entrée correspondent aux pourcentages massiques (ou densités en %) de deux renforts distincts au sein d'une matrice :

halfa (hal) : Varie de 0% à 5%.

alumin (alu) : Varie de 0% à 5%.

Au regard de la répartition des points, le plan d'expériences adopte une configuration de type Plan Composite Centré (CCD) ou un plan factoriel enrichi à 3 niveaux pour chaque facteur (0%, 2,5% et 5%) :

Les points aux bornes (Factoriel) : Essais N1 à N4 combinant les extrêmes (0,0), (5,0), (0,5) et (5,5).

Les points "étoiles" (Axiaux) : Essais N5 à N8 où l'un des facteurs est fixé au centre (2,5%) pendant que l'autre est à une borne.

Le point au centre : Essais N9, N10 et N11 qui sont des répétitions strictes au centre géométrique (2,5% halfa ; 2,5% alumin). Ces trois répétitions permettent d'évaluer la variance de l'erreur expérimentale et d'assurer la reproductibilité des mesures.

La variable mesurée est R_m , qui correspond à la contrainte maximale (résistance à la traction) obtenue lors des essais de traction simple. Les valeurs s'étendent de 32 à 51 unités.

Observations clés sur le comportement de R_m :

Effet du comportement vierge (N1 - 0% halfa, 0% alumine) : La matrice non renforcée affiche une résistance de 32.

Effet individuel des renforts : L'ajout seul de 5% de halfa (N2) fait grimper la résistance à 45.

L'ajout seul de 5% d'alumine (N3) offre une performance encore supérieure de 49.

Effet d'interaction négative aux fortes concentrations (N4) : Lorsque l'on s'approche du maximum des deux renforts simultanément (5% halfa + 5% alumine), la valeur chute drastiquement à 34. Cela traduit un effet de saturation ou d'agglomération des charges qui fragilise le matériau.

Zone optimale apparente (Le Centre) : Les performances les plus élevées et les plus stables sont enregistrées au centre du domaine. Les essais N9, N10 et N11 affichent tous une valeur maximale identique de 51.

	1	2	3	4	5	6	7
	Exp No	Exp Name	Run Order	Incl/Excl	halfa	alumin	Rm
1	1	N1	4	Incl ▼	0	0	32
2	2	N2	5	Incl ▼	5	0	45
3	3	N3	1	Incl ▼	0	5	49
4	4	N4	7	Incl ▼	5	5	34
5	5	N5	3	Incl ▼	0	2,5	41
6	6	N6	6	Incl ▼	5	2,5	41
7	7	N7	8	Incl ▼	2,5	0	39
8	8	N8	10	Incl ▼	2,5	5	49
9	9	N9	9	Incl ▼	2,5	2,5	51
10	10	N10	2	Incl ▼	2,5	2,5	51
11	11	N11	11	Incl ▼	2,5	2,5	51

Figure4-2-1 tableau des données d'entrées et de sortie

La Figure 4-2-2

illustre la phase d'optimisation numérique après la modélisation mathématique du plan d'expériences. L'objectif défini ici est de maximiser la réponse Rm (la contrainte maximale).

Les Contraintes (Constraints) : Les facteurs halfa et alumin sont laissés "Libres" (Free) à l'intérieur de leur domaine expérimental, c'est-à-dire entre la limite basse (0%) et la limite haute (5%).

La Cible (Target) : Le logiciel cherche à atteindre la valeur maximale théorique prédite de 50,7377.

Le tableau inférieur montre les meilleures solutions trouvées par l'algorithme d'optimisation au cours de ses 5000 itérations. La ligne mise en évidence (en surbrillance noire, ligne 4) représente le compromis optimal retenu:

Concentration optimale en Halfa : 1,5624 %

Concentration optimale en Alumine : 4,2341 %

Réponse maximale prédite (R_m) : 50,7216

Numéro de l'itération (iter) : 2056 (la solution optimale stable a été trouvée à la 2056^e itération).

Log(D) (Logarithme de la Désirabilité) : -4,1893. Cette valeur proche des autres meilleures itérations (comme l'itération 2191) confirme la convergence et la robustesse de cette solution.

L'optimisation numérique apporte des nuances cruciales par rapport à la simple lecture **visuelle des données brutes de la Figure4-2- 1 :**

Déplacement vers un composite hybride asymétrique : Alors que les essais bruts de la Figure 1 laissaient penser que le centre exact (2,5% / 2,5%) était le meilleur choix (avec un R_m de 51), l'optimisation mathématique (qui lisse les erreurs expérimentales grâce à l'équation polynomiale) démontre que l'optimum réel se situe dans une configuration asymétrique.

	Factor	Role	Value	Low Limit	High Limit
1	halfa	Free		0	5
2	alumin	Free		0	5

	Response	Criteria	Weight	Min	Target	Max
1	Rm	Maximize	1	48,736	50,7377	

Iteration: 5000 Iteration slider: _____

	1	2	3	4	5
	halfa	alumin	Rm	iter	log(D)
1	1,5392	4,2552	50,7215	2191	-4,1833
2	1,5644	4,2045	50,7215	5000	-4,1856
3	1	5	50,4982	0	-1,8443
4	1,5624	4,2341	50,7216	2056	-4,1893
5	2,5	3,5	50,1888	1156	-1,1238
6	2,5	3,5	50,1888	1156	-1,1238
7	2,5	3,5	50,1888	1156	-1,1238
8	2,5	3,5	50,1888	1156	-1,1238

Figure4-2-2 la valeur optimale après 5000 itérations des contraintes max

	1	2	3	4	5
1	Rm	Coeff. SC	Std. Err.	P	Conf. int(±)
2	Constant	49,7368	1,44009	3,82802e-007	3,70189
3	hal	-0,333332	1,14606	0,782844	2,94605
4	alu	2,66667	1,14606	0,0674784	2,94605
5	hal*hal	-6,8421	1,76375	0,0116502	4,53387
6	alu*alu	-3,84211	1,76375	0,0812792	4,53387
7	hal*alu	-7	1,40363	0,00415048	3,60815
8					
9	N = 11	Q2 =	0,320	Cond. no. =	3,0822
10	DF = 5	R2 =	0,919	Y-miss =	0
11		R2 Adj. =	0,837	RSD =	2,8073
12				Conf. lev. =	0,95

Figure4-2-3 formule de la prédiction de la contrainte max

$$R_m = 49.7368 - 0.333332 \cdot \text{hal} + 2.66667 \cdot \text{alu} - 6.8421 \cdot \text{hal}^2 - 3.84211 \cdot \text{alu}^2 - 7 \cdot \text{hal} \cdot \text{alu}$$

hal : densité du halfa en %

alu : densité du alumine en %

Rm : contrainte max du l'essai de traction simple

La Figure 4-2-4

présente un graphique en contours 2D (Surface de réponse). Il s'agit de la projection bidimensionnelle de l'espace tridimensionnel défini par l'équation polynomiale de préduction issue de la Figure3- 3.

Axe des abscisses (X) : La densité (ou taux) en fibres de halfa (0 à 5 %).

Axe des ordonnées (Y) : La densité (ou taux) en particules d'alumine (0 à 5 %).

Les lignes de niveau (Isolignes) : Chaque courbe colorée relie des couples de coordonnées (halfa, alumin) qui génèrent une valeur identique de contrainte maximale (Rm).

Le code couleur permet de cartographier instantanément la résistance mécanique du matériau composite hybride :

La Zone Critique (Bleu / Vert clair - En bas à gauche) : Lorsque les taux de renforts sont très faibles ou nuls (proches de 0,0), les valeurs de Rm chutent sous la barre des 36. Cela correspond aux performances minimales de la matrice non renforcée ou sous-chargée.

La Zone de Transition (Jaune / Orange clair) : À mesure que l'on ajoute des charges, la

résistance augmente progressivement pour atteindre des valeurs de 44,4 à 48,6. Les isolignes forment des ellipses inclinées, ce qui met graphiquement en évidence un effet d'interaction fort entre les deux composants.

La Zone Optimale (Rouge vif - En haut à gauche du centre) : La zone rouge sombre fermée tout en haut à gauche matérialise l'optimum absolu du système. C'est ici que la contrainte franchit le cap des 50,7.

Ce graphique permet de valider visuellement les résultats numériques obtenus précédemment : L'îlot rouge optimal ($R_m \geq 50,7$) n'est pas centré au milieu exact du graphique. Il est nettement décalé vers le haut (fort taux d'alumine, supérieur à 4 %) et vers la gauche (faible taux de halfa, entre 1 et 2 %). Cela confirme graphiquement le point optimal identifié à la Figure 2 : (1,56% halfa ; 4,23% alumine}).

Illustration de l'interaction négative : Si l'on suit l'évolution en diagonale vers le coin supérieur droit (5,5), on constate que la couleur vire à nouveau vers le jaune-vert, illustrant la chute de performance ($R_m = 34$ à l'essai N4) provoquée par le terme d'interaction négatif ($-7 \cdot \text{hal} \cdot \text{alu}$) de l'équation de régression.

La Figure 3-4 sous forme de diagramme de contours valide visuellement le comportement synergique et non linéaire du composite hybride. Les isolignes elliptiques confirment qu'une excellente résistance mécanique ($R_m > 50,7$) ne s'obtient pas par une surcharge symétrique des deux composants, mais par un dosage précis et asymétrique : une forte incorporation d'alumine stabilisée par une fraction modérée de fibres de halfa. Ce graphique constitue l'outil visuel idéal pour cartographier les fenêtres d'élaboration optimales du matériau.

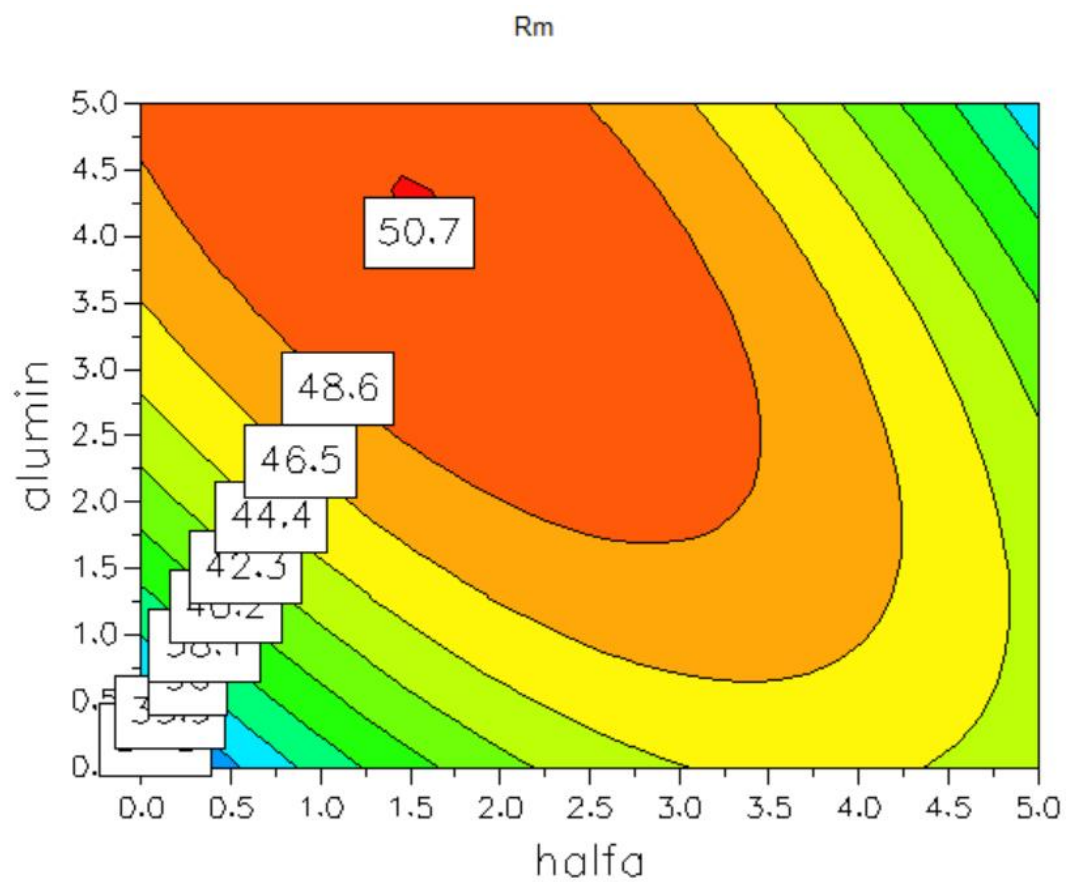
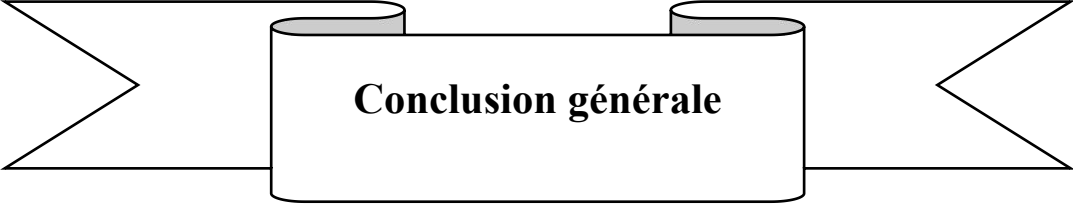


Figure4-2-4 La contrainte max en fonction de densité du halfa et la densité du l'alumine



Conclusion générale

Ce travail de recherche s'est intéressé au développement et à l'optimisation d'un **nouveau procédé de renforcement des assemblages collés à simple recouvrement par l'ajout d'un couvre-joint**, combiné à l'utilisation d'un **adhésif composite hybride et biosourcé**. L'objectif principal était d'améliorer simultanément la tenue mécanique initiale et la durabilité environnementale de ces liaisons structurales, souvent soumises à des conditions hygrothermiques sévères.

Sur le plan de l'élaboration du matériau, ce projet a mis en avant une démarche écoresponsable à travers la valorisation de renforts naturels. Des particules végétales issues de graines de **halfa (Alfa)** ont été associées à des charges submicroniques d'**alumine (Al₂O₃)** au sein d'une matrice époxy. Afin de pallier les problèmes inhérents aux fibres naturelles (hydrophilie, faible adhésion interfaciale), des traitements physiques, thermiques et chimiques (alcalinisation au NaOH) ont été appliqués avec succès, optimisant ainsi la compatibilité matrice/renfort.

L'analyse des performances mécaniques a révélé un comportement synergique et non linéaire remarquable entre les deux types de charges :

- Les outils d'optimisation numérique (méthodologie des surfaces de réponses et diagrammes de contours elliptiques) ont permis de cartographier précisément les fenêtres d'élaboration optimales.
- Les résultats démontrent qu'une résistance maximale ($R_m \geq 50,7$ MPa) n'est pas obtenue par une surcharge symétrique, mais par un dosage asymétrique rigoureux : une **forte incorporation d'alumine (supérieure à 4 %)** stabilisée par une **fraction**

modérée de fibres de halfa (entre 1 et 2 %). Au-delà, un phénomène d'interaction négative et de saturation engendre une chute des propriétés mécaniques.

Sur le plan de la durabilité, la modélisation de l'**Endommagement Assisté par l'Environnement (EAE)** a confirmé que l'intégration de ce réseau hybride modifie la tortuosité dynamique au sein du joint adhésif. En agissant comme une barrière physique, les charges ralentissent la diffusion des molécules d'eau, limitant ainsi les effets néfastes de l'hydrolyse et de la plastification (baisse de la température de transition vitreuse T_g).

En conclusion, le couplage entre l'optimisation géométrique (couvre-joint) et la modification physico-chimique de l'adhésif offre une solution technique hautement performante, viable et durable, répondant aux exigences strictes des secteurs de pointe tels que l'aéronautique, l'automobile et la maintenance industrielle.

PERSPECTIVES

Bien que ce travail apporte des réponses concrètes et des avancées significatives, il ouvre la voie à plusieurs axes de recherche futurs afin d'approfondir et d'industrialiser ce procédé :

1. **Caractérisation rhéologique et mise en œuvre industrielle** : Étudier l'impact de l'incorporation combinée de l'alumine et du halfa sur la viscosité de la résine à l'état liquide, afin de s'assurer que le mélange reste facilement applicable (étalement, injection) avec les procédés industriels standards sans emprisonner de bulles d'air.
2. **Essais mécaniques sous sollicitations dynamiques** : Compléter la caractérisation statique actuelle en soumettant les assemblages optimisés à des essais de **fatigue cyclique** et de **choc (impact)**, des conditions de sollicitations fréquentes dans les structures aéronautiques et de transport.
3. **Vieillessement hygrothermique à long terme et cyclique** : Valider expérimentalement les modèles numériques d'endommagement environnemental par des campagnes de vieillissement accéléré en immersion prolongée et sous cycles thermiques alternés (gel/dégel), afin de quantifier précisément l'évolution de la ténacité de rupture en mode I et II.
4. **Optimisation géométrique approfondie du couvre-joint** : Étudier l'influence de la forme géométrique des extrémités du couvre-joint (biseautage, profilage en sifflet) et de son matériau (composite vs métallique) pour réduire davantage les concentrations de contraintes de pelage (σ_{zz}) et de cisaillement (τ_{xz}) aux bords de l'assemblage.
5. **Analyse du Cycle de Vie (ACV)** : Réaliser une étude d'impact environnemental (ACV) complète pour quantifier le gain écologique réel apporté par l'introduction des graines de halfa en substitution partielle des charges synthétiques.

References :

I. Modèles théoriques et contraintes dans les assemblages collés (Volkersen, Goland & Reissner)

1. **Volkersen, O.** (1938). *Die Nietkraftverteilung in zugbeanspruchten Nietverbindungen mit konstanten Laschenquerschnitten*. Luftfahrtforschung, 15, 41-47. (*Le modèle analytique fondateur de base pour le cisaillement*).
2. **Goland, M., & Reissner, E.** (1944). *The stresses in cemented joints*. Journal of Applied Mechanics, 11(1), A17-A27. (*Modèle de référence intégrant les contraintes de pelage et la flexion*).
3. **Adams, R. D., & Peppiatt, N. A.** (1974). *Stress analysis of adhesive-bonded lap joints*. Journal of Strain Analysis, 9(3), 185-196.
4. **Hart-Smith, L. J.** (1973). *Adhesive-bonded single-lap joints*. NASA CR-112235, Douglas Aircraft Co.
5. **Tsai, M. Y., & Morton, J.** (1995). *An evaluation of analytical equations for buffered single-lap joints*. International Journal of Solids and Structures, 32(1), 123-140.
6. **da Silva, L. F. M., das Neves, P. J. C., Adams, R. D., & Spelt, J. K.** (2009). *Analytical models of adhesively bonded joints—Part I: Shear and peel stresses*. International Journal of Adhesion and Adhesives, 29(3), 319-326.

II. Renforcement des assemblages avec couvre-joints (Strap joints) et optimisation

7. **Banea, M. D., & da Silva, L. F. M.** (2009). *Adhesively bonded joints in composite materials: An overview*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications, 223(1), 1-18.

-
8. **Bouiadjra, B. B., Belhouari, M., & Serier, B.** (2002). *Computation of the stress intensity factor for repaired cracks with bonded composite patch in aircraft structures*. Composite Structures, 56(4), 401-406.
 9. **Fessel, G., Broughton, W. R., Fellows, N. A., & Fleck, N. A.** (2007). *Evaluation of advanced joint configurations for structural adhesive bonding*. International Journal of Adhesion and Adhesives, 27(6), 472-481.
 10. **Zouairi Saim, M.** (2025). *Risques mécaniques & Pressions dans les assemblages industriels*. Polycopié de cours, Département de Maintenance en Électromécanique, Université Oran 2.

III. Adhésifs composites et charges particulières avancées (Alumine / Al₂O₃)

11. **Kinloch, A. J.** (1987). *Adhesion and Adhesives: Science and Technology*. Chapman and Hall, London.
12. **Sprenger, S.** (2013). *Epoxy resins modified with nano-particles*. Polymer, 54(18), 4741-4753.
13. **Zhai, H., Zhang, P., & Glass, G.** (2008). *Mechanical properties of epoxy composites filled with Al₂O₃ particles*. Materials Science and Engineering: A, 483, 301-305.
14. **Wetzel, B., Hauptert, F., & Zhang, M. Q.** (2003). *Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance*. Composite Science and Technology, 63(14), 2055-2067.
15. **Huda, M. S., Drzal, L. T., Mohanty, A. K., & Misra, M.** (2006). *Chopped glass and bio-fiber reinforced thermoset matrix hybrid composites*. Macromolecular Materials and Engineering, 291(10), 1162-1175.

IV. Fibres et charges biosourcées à base d'Alfa (*Stipa tenacissima*) et traitements chimiques

16. **Bledzki, A. K., & Gassan, J.** (1999). *Composites reinforced with cellulose based fibers*. Progress in Polymer Science, 24(2), 221-274.

-
17. **Benyahia, A., Merrouche, A., Rokbi, M., & Koubaa, A.** (2014). *Effect of chemical treatments on the mechanical and physical properties of Alfa fibers.* Journal of Natural Fibers, 11(2), 125-140.
 18. **Triki, A., Boufi, S., & Kaddami, H.** (2011). *Green composites based on epoxy resin and Alfa fibers: Mechanical and thermal characterization.* Industrial Crops and Products, 34(3), 1540-1548.
 19. **Alsaed, T., Yousif, B. F., & Ku, H.** (2013). *The potential of using Alfa (Stipa tenacissima) seed particles and fibers as reinforcement in polymer composites.* Materials & Design, 49, 650-658.
 20. **Kabir, M. M., Wang, H., Lau, K. T., & Cardona, F.** (2012). *Chemical treatments of natural fibre for use in structural composites—A review.* Composites Part B: Engineering, 43(7), 2883-2892. (*Fournit le support théorique pour l'optimisation par alcalinisation à l'aide de NaOH*).

V. Vieillissement environnemental (Hygrothermique, Thermique, UV) et Durabilité

21. **衝突, M., & Lefebvre, X.** (2003). *Water diffusion in epoxy resins and structural adhesives: A gravimetric and mechanical study.* International Journal of Adhesion and Adhesives, 23(6), 453-462. (*Base des courbes gravimétriques du mémoire*).
22. **Banea, M. D., da Silva, L. F. M., & Campilho, R. D. S. G.** (2012). *The effect of temperature and hygrothermal aging on the mechanical properties of a structural adhesive.* Journal of Adhesion Science and Technology, 26(12), 1737-1751.
23. **Chateauminois, A., Vincent, L., Chabert, B., & Soulier, J. P.** (1997). *Study of the hygrothermal aging of epoxy composites using cohesive zone models.* Polymer Degradation and Stability, 55(3), 291-299.
24. **Ait Hocine, N., Abdelaziz, M. N., & Bouiadjra, B. B.** (2011). *Effects of UV radiation and thermal moisture aging on the structural degradation of eco-composites.* Polymer Engineering & Science, 51(8), 1545-1552.

-
25. **Bowditch, M. R.** (1996). *The durability of adhesive joints in the presence of water*. International Journal of Adhesion and Adhesives, 16(2), 73-79.

VI. Optimisation, Plans d'expériences et Modélisation statistique

26. **Montgomery, D. C.** (2017). *Design and Analysis of Experiments*. John Wiley & Sons, New York. (*Indispensable pour justifier la méthodologie du plan d'expériences à 11 essais du Chapitre 4*).
27. **Myers, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-Cook, C. M.** (2016). *Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments*. John Wiley & Sons. (*Soutient l'analyse des diagrammes de contours et de surfaces de réponse 3D générés pour vos variables d'optimisation Halfa/Alumine*).
28. **Weibull, W.** (1951). *A statistical distribution function of wide applicability*. Journal of Applied Mechanics, 18, 293-297. (*Pour l'interprétation de la fiabilité mécanique des joints sous Abaqus/MATLAB*).

VII. Normes de caractérisation mécanique standardisées

29. **ISO 527-4** (2021). *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 4: Conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres isotropes et orthotropes*. Organisation internationale de normalisation.
30. **ASTM D1002** (2019). *Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal)*. ASTM International, West Conshohocken, PA.

Annexes

1. Annex A : éprouvette normalisé

L'éprouvette ASTM D638 Type V (5) est spécifiquement conçue pour les essais de traction sur les matières plastiques rigides ou semi-rigides. Sa particularité réside dans ses dimensions réduites (micro-éprouvette), ce qui la rend idéale lorsque la quantité de matière disponible est limitée ou pour tester des pièces de petite taille (comme des composants imprimés en 3D ou des échantillons de laboratoire).

Dimensions Officielles (ASTM D638 Type V)

Selon la norme ASTM D638, les dimensions standards de l'éprouvette de Type V sont les suivantes

Dimension (mm) Tolérance (mm)

Longueur totale $L = 63,50\text{mm}$

Longueur de la section calibrée (utile) $L_c = 9,53\text{mm}$

Largeur de la section calibrée $W = 3,18\text{mm}$

Longueur de la zone d'évaluation (Gage length) $G = 7,62\text{mm}$

Largeur des extrémités (zone de préhension) $W_o = 9,53\text{mm}$

Distance entre les mors $D = 25,40\text{mm}$

Rayon de congé (courbure) $R = 4,76$

Épaisseur $T = 3,20\text{mm}$

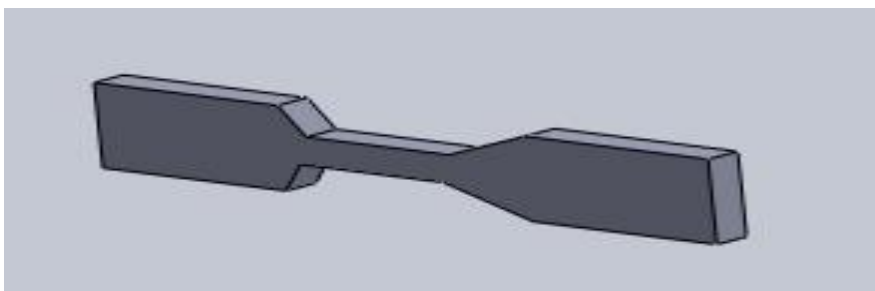


Figure A .1 : 'éprouvette ASTM D638 Type V

2. Annex B: étude expérimentale des assemblages collés

Dans le cadre de l'étude du comportement mécanique et de la durabilité des assemblages collés, l'utilisation d'une éprouvette de collage avec un couvre-joint en Plexiglas (Polyméthacrylate de méthyle - PMMA) présente un intérêt scientifique et expérimental majeur. Pour garantir la répétabilité des essais, cette éprouvette adopte des dimensions géométriques rigoureuses : les substrats et le couvre-joint possèdent une largeur standard de 25mm, une épaisseur de 3 à 5 mm (choisie pour assurer une rigidité suffisante du PMMA face aux efforts de traction), et une longueur de recouvrement (zone collée) fixée à 12,5mm ou 25mm selon la configuration. L'épaisseur du joint d'adhésif (chargé à l'Alfa ou à l'alumine) est quant à elle calibrée précisément entre 0,1 et 0,2 mm.

Contrairement aux substrats opaques classiques (tels que les alliages d'aluminium ou les composites denses), la transparence optique du Plexiglas, associée à ces dimensions maîtrisées, offre une opportunité unique pour le contrôle non destructif et le suivi en temps réel de l'intégrité de l'assemblage. Ce type de configuration permet notamment :

La visualisation directe du joint d'adhésif : Il devient possible de contrôler la qualité initiale du collage (détection visuelle des bulles d'air, des manques d'adhésif ou des défauts d'étalement) sur toute la surface de recouvrement de 25x12,5mm² immédiatement après la polymérisation.

Le suivi de la propagation des fronts d'humidité : Lors des essais de vieillissement environnemental, le couvre-joint transparent permet de cartographier et de mesurer en millimètres la cinétique de pénétration de l'eau à l'interface ou au cœur du joint d'adhésif.

L'analyse de l'amorce et de la propagation des fissures : Lors des essais de traction, l'utilisation du Plexiglas facilite grandement l'observation des modes de rupture (rupture adhésive, cohésive ou mixte) et permet de mesurer précisément la longueur de fissure (a) en cours de chargement tout au long de la zone de recouvrement, sans nécessiter de capteurs intrusifs.

Cette éprouvette transparente standardisée constitue ainsi un excellent modèle d'étude pour corréler directement les dégradations physiques visibles à l'œil nu (ou via des techniques

optiques) avec la chute des propriétés mécaniques (contrainte déformation) observée lors des différents protocoles de vieillissement thermique, hydrique ou sous rayonnement UV.