



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 محمد بن أحمد
Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed
معهد الصيانة و الأمن الصناعي
Institut de Maintenance et de Sécurité Industrielle

Département de génie industriel

MÉMOIRE

Pour l'obtention du diplôme de Master

Filière : Génie industrielle

Spécialité : maintenance d'automatismes et de l'instrumentation

Thème

Développement d'adhésif a gradient de propriétés pour contrer les concentrations de contraintes dues aux vieillissements

Présenté et soutenu publiquement par :

Kella Rihem Amina

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
	Pr.	IMSI	Président
Mr.Bachir Bouiadjra Bachir	MCA	IMSI	Encadrant
	MCA	IMSI	Examineur
Bachir Bouiadjra Mohamed Nadir	Ing.	Chiali service	Représentant Partenaire Socio-économique

Année 2025/2026

Résumé

Ce travail de recherche porte sur le développement et la durabilité d'un adhésif à gradient de propriétés fonctionnelles (FGM) renforcé par des nanoparticules d'alumine (Al_2O_3), conçu pour réduire les concentrations de contraintes au sein des assemblages collés soumis à divers vieillissements environnementaux. À l'état initial (sec), la structure FGM surclasse les configurations homogènes grâce à sa rigidité stratégiquement répartie. Afin d'évaluer sa viabilité industrielle, les joints ont été exposés à trois conditions de vieillissement accéléré : hygrothermique (immersion dans l'eau), thermique (chaleur à 70 °C) et photochimique (rayonnements UV). Les résultats indiquent que si l'humidité induit une plastification qui pénalise localement le gradient du FGM, le vieillissement thermique active une post-cuisson bénéfique qui en améliore la résistance. De plus, la configuration FGM démontre une excellente stabilité et une robustesse face aux rayonnements UV, les nanoparticules situées en périphérie agissant comme un écran protecteur contre la photo-dégradation. Cette étude valide le concept de gradient fonctionnel comme une stratégie prometteuse pour optimiser la performance et la longévité des jonctions collées en milieu industriel.

Mots clés : Adhésif à gradient (FGM), Nanoparticules d'Alumine (Al_2O_3), Résine Époxy, Vieillissement environnemental, Concentrations de contraintes, Durabilité.

Abstract

This research work focuses on the development and durability of a Functionally Graded Material (FGM) adhesive reinforced with alumina nanoparticles (Al_2O_3), designed to mitigate stress concentrations within bonded joints subjected to various environmental aging conditions. In the initial (dry) state, the FGM architecture outperforms homogeneous configurations due to its strategically distributed stiffness. To assess its industrial viability, the joints were exposed to three accelerated aging environments: hygrothermal (water immersion), thermal (heat at 70 °C), and photochemical (UV radiation). The results indicate that while moisture induces plasticization that locally weakens the FGM gradient, thermal aging triggers a beneficial post-curing effect that enhances its overall strength. Furthermore, the FGM configuration demonstrates excellent stability and robustness against UV radiation, as the peripheral nanoparticles act as a protective shield against photo degradation. This study validates the functionally graded concept as a promising strategy for optimizing the performance and longevity of bonded junctions in industrial applications.

Keywords: Graded adhesive (FGM), Alumina nanoparticles (Al_2O_3), Epoxy resin, Environmental aging, Stress concentrations, Durability.

ملخص

يركز هذا العمل البحثي على تطوير وديمومة مادة لاصقة ذات تدرج وظيفي في الخواص (FGM) مدعمة بجزيئات الألومينا النانوية (Al_2O_3) ، والتي تم تصميمها للحد من تركيز الإجهادات داخل الوصلات الملصقة المعرضة لظروف تعتيق بيئية مختلفة. في الحالة الأولية (الجافة)، تفوقت بنية الـ FGM على التركيبات المتجانسة بفضل التوزيع الاستراتيجي للصلابة. ولتقييم مدى فعاليتها في المجال الصناعي، خضعت الوصلات لثلاثة ظروف من التعتيق المتسارع: التعتيق الرطوبي الحراري (الغمر في الماء)، التعتيق الحراري (الحرارة عند 70 درجة مئوية)، والتعتيق الكيميائي الضوئي (الأشعة فوق البنفسجية). UV تشير النتائج إلى أنه في حين تؤدي الرطوبة إلى لدونة تضعف محليًا تدرج الـ FGM ، فإن التعتيق الحراري يحفز عملية تصلب لاحق مفيدة تعزز من مقاومته الإجمالية. علاوة على ذلك، أظهرت تركيبة الـ FGM استقرارًا وممانعة ممتازة ضد الأشعة فوق البنفسجية، حيث تعمل الجزيئات النانوية المتواجدة عند الأطراف كدرع واقٍ ضد التحلل الضوئي. تؤكد هذه الدراسة أن مفهوم التدرج الوظيفي يشكل استراتيجية واعدة لتحسين أداء وعمر الوصلات الملصقة في التطبيقات الصناعية.

الكلمات المفتاحية:

لاصق متدرج الخواص (FGM) ، جزيئات الألومينا النانوية (Al_2O_3) ، راتنج الإيبوكسي، التعتيق البيئي، تركيز الإجهادات، الديمومة.

Dedicace

Je dédie ce modeste travail :

À mes très chers parents, en témoignage de mon amour, de mon profond respect et de ma reconnaissance pour tous les sacrifices qu'ils ont consentis afin de me permettre de réussir. Que Dieu les protège et les récompense.

À mon cher mari, pour son soutien, sa patience, sa confiance et ses encouragements tout au long de ce parcours.

À mon frère et à ma sœur, pour leur affection et leur soutien.

À toute ma famille.

À tous ceux qui me sont chers.

Remerciement

Je tiens tout d'abord à remercier Allah le Tout-Puissant de m'avoir accordé la santé, la patience et la volonté nécessaires pour mener à bien ce travail.

J'adresse mes sincères remerciements à mon encadreur, M. Bachir Bouiadjra Bachir, pour son accompagnement, sa disponibilité, ses précieux conseils, ainsi que pour son soutien et ses remarques constructives tout au long de la réalisation de ce mémoire.

J'adresse également mes remerciements aux membres du jury pour l'honneur qu'ils me font en acceptant d'évaluer ce travail, ainsi que pour leurs remarques et suggestions qui contribueront à son amélioration.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Sommaire

Résumé	
Abstract	
ملخص	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Liste des symboles	
Introduction générale	x
CHAPITRE I : Revue bibliographique	3
1. Introduction	4
2. Mécanique des joints :	4
3. Vieillissements des adhésifs :	6
4. Concentration des contraintes	8
5. Matériaux a gradient fonctionnel (FGM)	11
6. Modélisation numérique par éléments finis	14
CHAPITRE II : Approche méthodologique et plan de recherche	16
1. Introduction	17
2. Modélisation par éléments finis :	18
3. Sélection des matériaux de base :	18
4. Mise au Point des Techniques de Réalisation de Gradients :	19
5. Conclusion	20
CHAPITRE III : Validation Expérimentale et Durabilité	21
1. Introduction	22
2. Modélisation numérique et simulation par éléments finis (SolidWorks) :	22
3. Élaboration du matériau composite	23
4. Essai de traction simple :	24
5. Traitement par les rayons ultras violet :	25
a. Nettoyage initial :	25
b. Séchage et positionnement :	25
c. Paramétrage du rayonnement :	25
6. Effet du renfort particulaire (Adhésif homogène 5 % vs Adhésif pur 0 %)	26
7. Performance de l'adhésif à gradient fonctionnel (FGM)	27
8. Justification de la supériorité du concept FGM	27
9. Phénomène de post-cuisson thermique généralisé	30
➤ Augmentation de la rigidité :	30
10. Analyse comparative des performances après vieillissement thermique	30
11. Explication de l'inversion FGM / Homogène 5 %	30
12. Phénomène de post-reticulation vs Photo-dégradation	32

13. Comportement et performance du joint à gradient fonctionnel (FGM)	32
Conclusion	33
Conclusion Générale	34
Références bibliographiques	36
Webographie	39

Liste des figures

Figure	Nom	Page
Figure 1	Adhésion vs Cohésion	04
Figure 2	Distribution des contraintes (single lap joint)	05
Figure3	Types de chargement (traction / cisaillement / pelage)	06
Figure4	Simple vs Double recouvrement	06
Figure5	mécanismes de vieillissement des adhésifs polymères sous l'effet de l'humidité et de l'oxydation	07
Figure6	Apparition de microfissures dans un adhésif après vieillissement	07
Figure7	Distribution des contraintes dans un joint collé mettant en évidence la concentration des contraintes aux extrémités	09
Figure8	Stratégies de réduction des concentrations de contraintes dans les joints collés par modification de la géométrie et des matériaux	10
Figure9	Représentation schématique de la variation progressive des propriétés dans un matériau à gradient fonctionnel (FGM)	11
Figure10	Représentation schématique de la variation progressive des propriétés dans un matériau à gradient fonctionnel (FGM)	12
Figure11	Comparaison de la distribution des contraintes dans un joint conventionnel et un joint à gradient fonctionnel.	13
Figure12	Principe de la méthode des éléments finis appliquée à une structure discrétisée en éléments et nœuds	14
Figure 13	Eprouvette de l'essai traction simple selon la norme ASTM D638 Type5	23
Figure14	Machine d'essais Servohydrauliques	25
Figure15	Machine de post-traitement	26
Figure16	Comparaison entre le FGM adhésif et un collage homogène, avec 5% d'alumine et de l'adhésif pur	28
Figure17	Effet de l'humidité sur les différents adhésifs	29
Figure18	L'effet thermique ou vieillissement accéléré à 70°C	31
Figure19	L'effet du vieillissement sous rayonnement ultra-violet	33

Liste des tableaux

Tableau 1	Effets des principaux facteurs de vieillissement sur les adhésifs polymères	08
Tableau 2	Comparaison des différentes stratégies de réduction des concentrations de contraintes dans les assemblages collés .	11
Tableau 3	Comparaison des principaux gradients utilisés dans les adhésifs FGM	13
Tableau 4	Paramètres influençant le comportement des assemblages collés en modélisation par éléments finis	15
Tableau 5	Principaux paramètres utilisés dans la modélisation numérique	18
Tableau 6	Composition du gradient fonctionnel	19

Liste des abréviations

PMMA : Polyméthacrylate de méthyle

FEM : Finite Element Method

FGM : Functionally Graded Material

Al₂O₃ : Oxyde d'aluminium (Alumine)

Liste des symboles

σ : Contrainte normale

τ : Contrainte de cisaillement

Introduction générale

Les joints collés occupent aujourd'hui une place importante dans de nombreux secteurs industriels tels que l'automobile, l'aéronautique et le génie civil. Ils présentent plusieurs avantages par rapport aux assemblages mécaniques traditionnels, notamment une meilleure répartition des contraintes, une réduction du poids des structures et la possibilité d'assembler des matériaux différents.

Cependant, malgré ces avantages, les joints collés présentent certaines limitations, en particulier la concentration des contraintes aux extrémités de la zone adhésive. Ce phénomène peut entraîner une initiation précoce des fissures et, à long terme, une rupture de l'assemblage. De plus, les adhésifs polymères utilisés sont sensibles aux conditions environnementales telles que la température, l'humidité et l'oxydation, ce qui conduit à un phénomène de vieillissement et à une dégradation progressive de leurs propriétés mécaniques. Dans ce contexte, les matériaux fonctionnellement gradués (FGM) apparaissent comme une solution innovante permettant d'améliorer le comportement mécanique des structures collées. L'idée consiste à introduire un gradient de propriétés mécaniques dans l'adhésif afin de mieux répartir les contraintes et de limiter leur concentration dans les zones critiques.

Problématique

Malgré les nombreux avantages des assemblages collés, la concentration des contraintes aux extrémités de la couche adhésive ainsi que la dégradation des propriétés mécaniques des adhésifs sous l'effet du vieillissement demeurent des défis majeurs. Dès lors, une question essentielle se pose : l'utilisation d'un adhésif à gradient de propriétés (FGM) permet-elle de réduire les concentrations de contraintes et d'améliorer le comportement mécanique ainsi que la durabilité des joints collés soumis au vieillissement ?

Hypothèses de recherche

Afin de répondre à cette problématique, les hypothèses suivantes sont proposées : L'introduction d'un gradient de propriétés mécaniques dans l'adhésif permet de réduire les concentrations de contraintes au niveau des extrémités du joint collé. Les joints collés utilisant un adhésif fonctionnellement gradué présentent de meilleures performances mécaniques que ceux réalisés avec un adhésif homogène. Les adhésifs à gradient conservent un meilleur comportement mécanique après vieillissement que les adhésifs conventionnels.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence des adhésifs à gradient sur le comportement mécanique des joints collés, ainsi que leur effet sur la réduction des contraintes et l'amélioration de la durabilité en tenant compte du vieillissement des matériaux. Cette étude est réalisée à travers une approche numérique basée sur la modélisation par éléments finis, complétée par une analyse des

différentes configurations de gradient.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres. Le premier chapitre présente une revue bibliographique détaillée sur les joints collés, les matériaux fonctionnellement gradués et les phénomènes de vieillissement. Le deuxième chapitre est consacré à la méthodologie adoptée, aux matériaux utilisés ainsi qu'à l'approche numérique et expérimentale. Le troisième chapitre présente les résultats obtenus, leur analyse ainsi que la validation expérimentale et l'étude de la durabilité. Enfin, une conclusion générale présente les principaux résultats obtenus ainsi que quelques perspectives

CHAPITRE I : Revue bibliographique

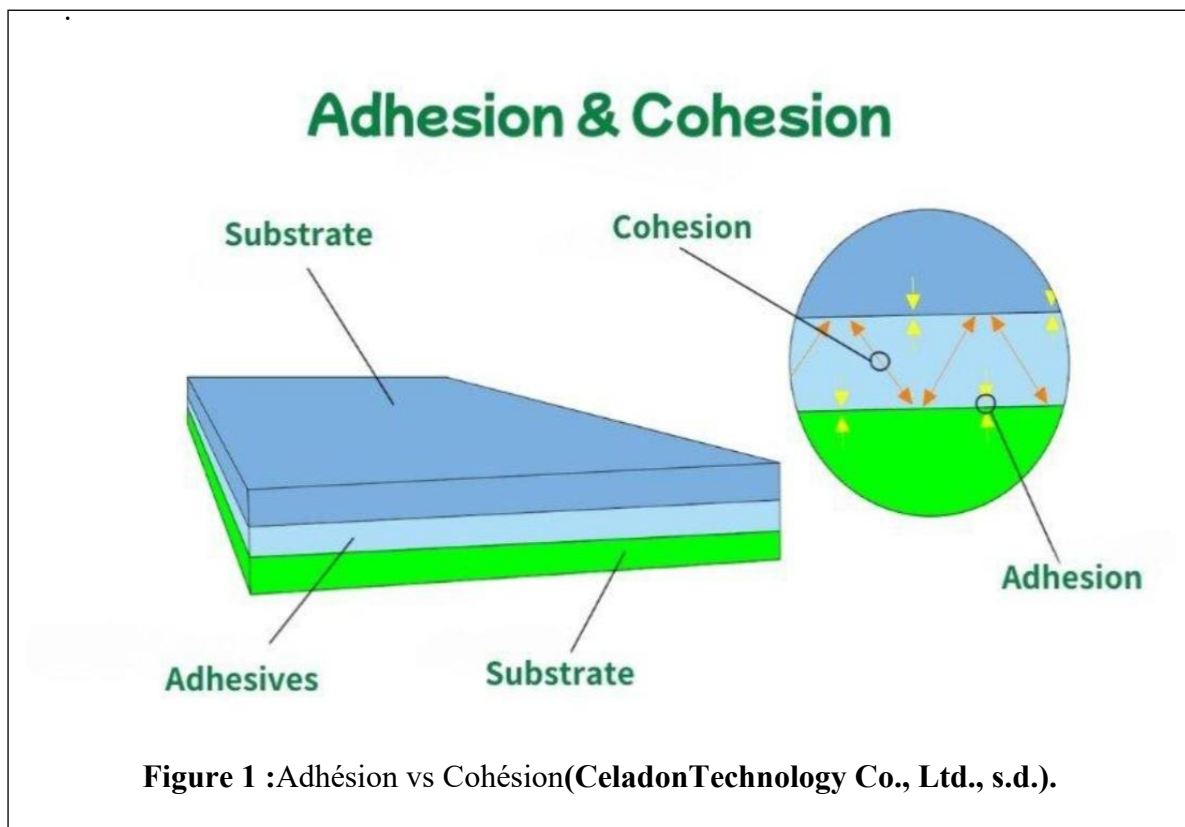
1. Introduction

Ce premier chapitre est consacré à une revue bibliographique portant sur les principaux concepts liés à cette étude. Il présente tout d'abord les assemblages collés, leurs caractéristiques, leurs avantages ainsi que leurs limites. Ensuite, il aborde les matériaux fonctionnellement gradués (FGM), leur principe de fonctionnement et leur intérêt dans l'amélioration du comportement mécanique des joints collés. Enfin, une attention particulière est accordée aux phénomènes de vieillissement des adhésifs et à leurs effets sur les performances mécaniques des assemblages. Cette synthèse bibliographique constitue la base scientifique nécessaire à la compréhension de la méthodologie et des résultats présentés dans les chapitres suivants.

2. Mécanique des joints :

La mécanique des assemblages collés permet de comprendre comment un adhésif assure la liaison entre deux matériaux, qu'ils soient de même nature ou de nature différente, ainsi que la manière dont les efforts sont transmis entre eux (da Silva *et al.*, 2011).

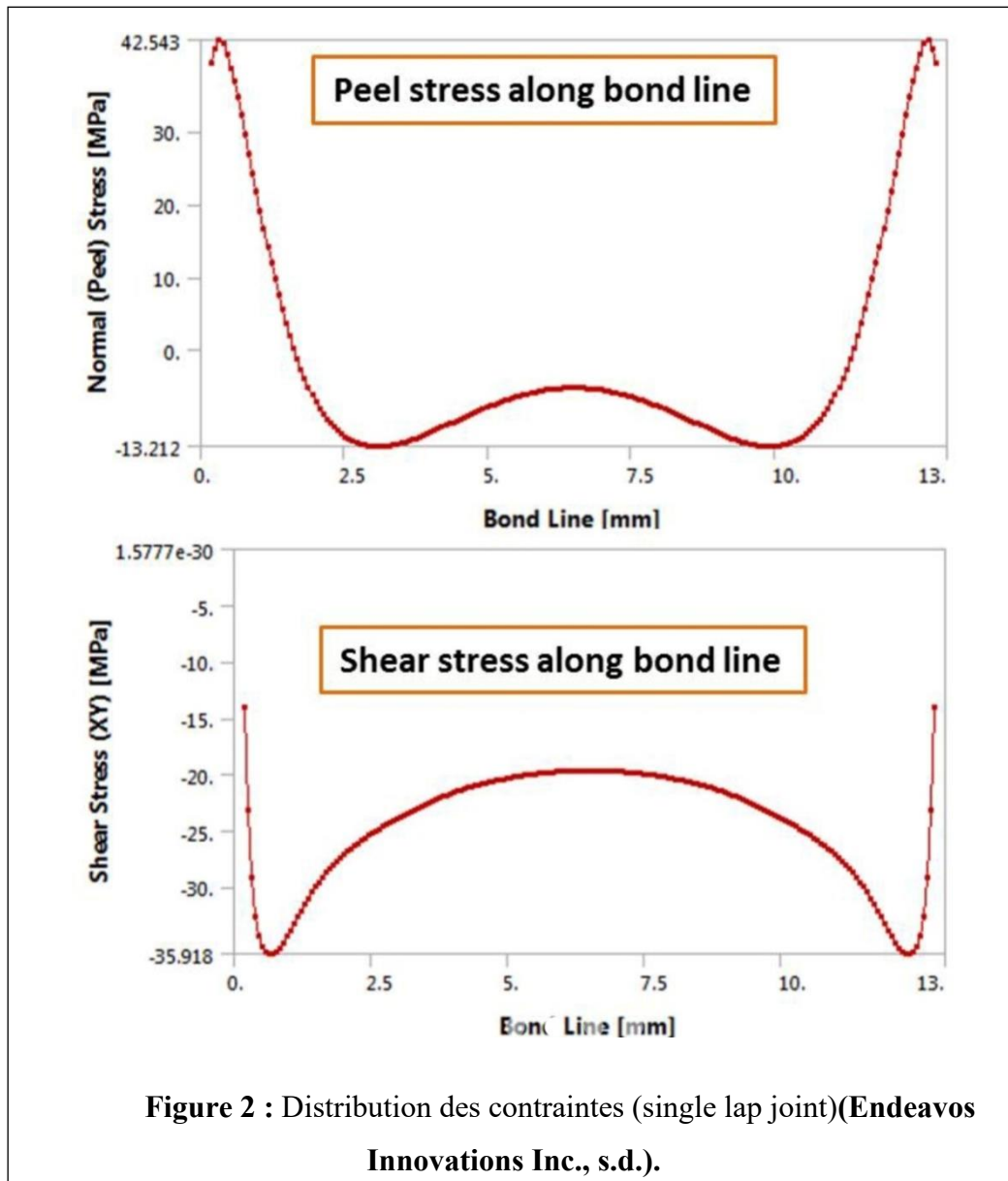
On distingue deux concepts importants : l'adhésion et la cohésion (Pizzi & Mittal, 2018).



L'adhésion désigne la capacité de l'adhésif à se fixer à la surface des matériaux, assurant ainsi la liaison entre l'adhésif et les substrats. La cohésion, quant à elle, représente la résistance interne de

l'adhésif, c'est-à-dire sa capacité à conserver ses propriétés mécaniques et à résister à la rupture (Pizzi & Mittal, 2018).

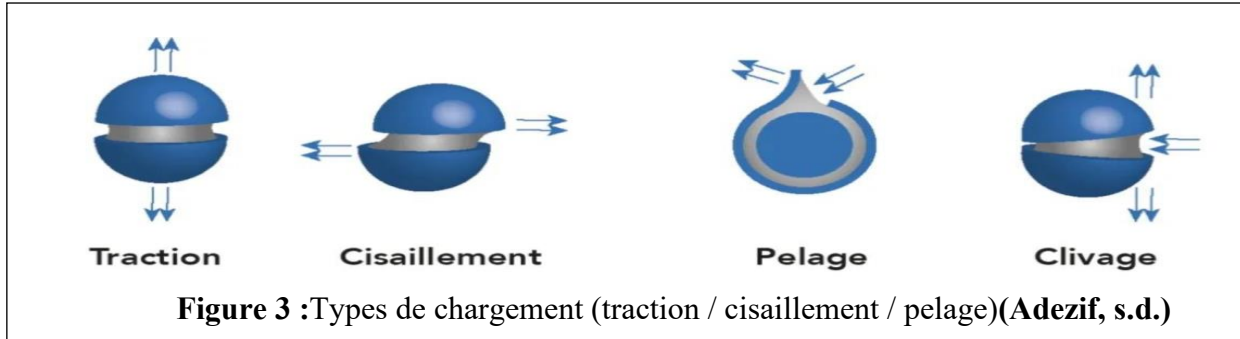
Cependant, la distribution des contraintes dans un joint collé n'est pas homogène. Elles se concentrent principalement aux extrémités de la zone adhésive, qui constituent des zones critiques. Cette concentration peut favoriser l'apparition de fissures et conduire progressivement à la rupture du joint (Barbosa *et al.*, 2018 ; Omairey *et al.*, 2021 ; Kumazawa & Kasahara, 2019).



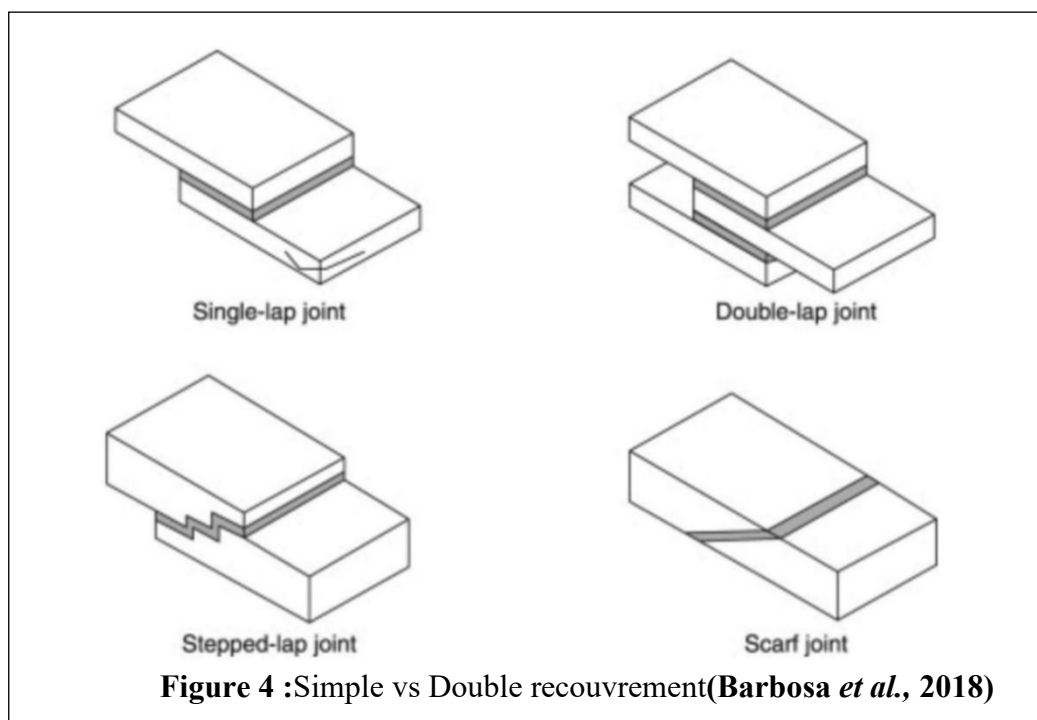
Cependant, la distribution des contraintes dans un joint collé n'est pas homogène. Elles se concentrent principalement aux extrémités de la zone adhésive, qui constituent des zones critiques.

Cette concentration peut favoriser l'apparition de fissures et conduire progressivement à la rupture du joint (Kumazawa & Kasahara, 2019 ; Barbosa *et al.*, 2018 ; Omairey *et al.*, 2021).

Les joints collés peuvent être soumis à plusieurs types de charges mécaniques, telles que la traction, le cisaillement ou le pelage (da Silva *et al.*, 2011)



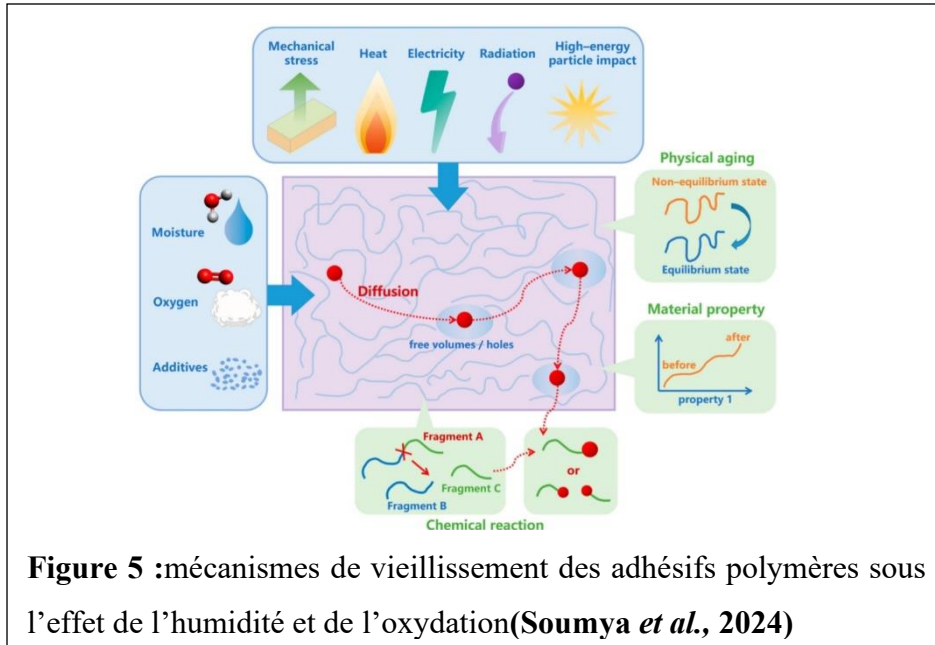
La géométrie du joint joue également un rôle important dans la répartition des contraintes au sein de la zone adhésive. Par exemple, le joint à simple recouvrement présente une forte concentration de contraintes aux extrémités, tandis que le joint à double recouvrement permet une meilleure distribution des efforts et donc un comportement plus stable (Barbosa *et al.*, 2018 ; Kumazawa & Kasahara, 2019).



3. Vieillissements des adhésifs :

Les adhésifs polymères peuvent être affectés par plusieurs facteurs environnementaux et mécaniques tels que la température, l'humidité, l'oxydation et les charges répétées. Ces facteurs

modifient progressivement la structure du matériau et entraînent une diminution de ses performances mécaniques (Barbosa *et al.*, 2018 ; Kumazawa & Kasahara, 2019).



Le vieillissement des adhésifs se traduit principalement par une réduction de leur rigidité et de leur résistance mécanique. Ce phénomène est lié à plusieurs mécanismes, notamment l'hydrolyse, l'oxydation ainsi que la relaxation des chaînes polymériques (Soumya *et al.*, 2024 ; Wu *et al.*, 2025).

Le vieillissement affecte également la qualité de la liaison entre l'adhésif et les matériaux assemblés, favorisant ainsi l'apparition de fissures et augmentant le risque de rupture du joint (Soumya *et al.*, 2024 ; Omairey *et al.*, 2021).

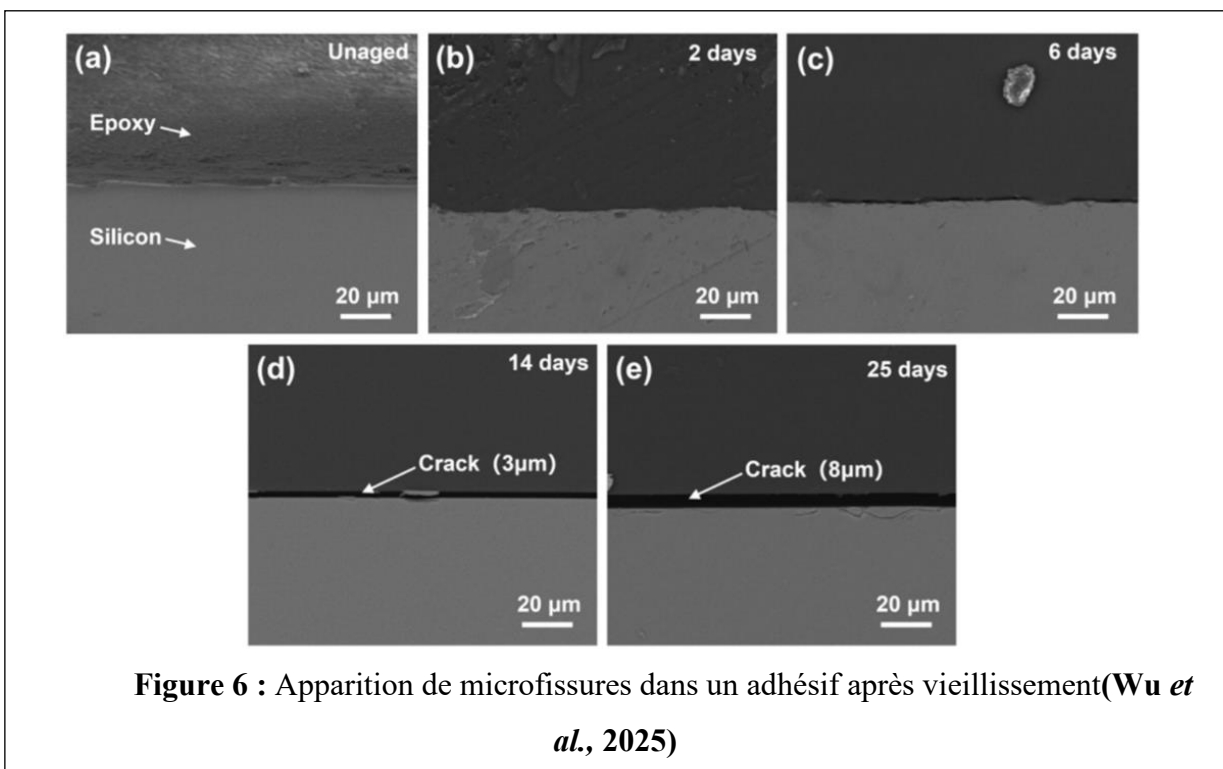


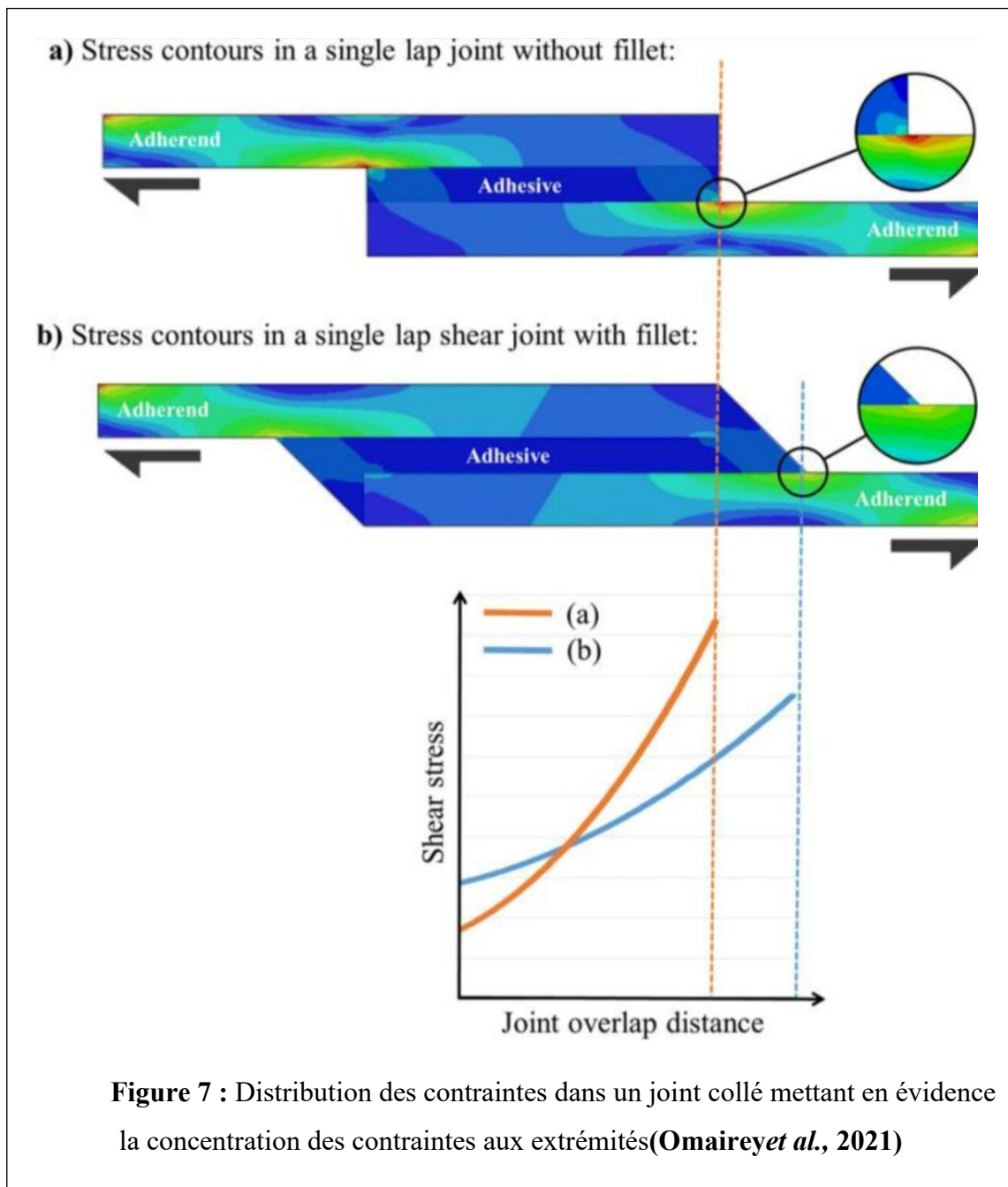
Tableau 1 : Effets des principaux facteurs de vieillissement sur les adhésifs polymères (Soumya *et al.*, 2024 ; Omairey *et al.*, 2021).

<u>Facteurs de vieillissement</u>	<u>Effets principal</u>
Humidité	Hydrolyse
Température	Relaxation
Oxydation	Fragilisation
Charges cyclique	Fatigue

Par conséquent, l'étude du vieillissement est essentielle afin d'améliorer la durabilité et la fiabilité des assemblages collés.

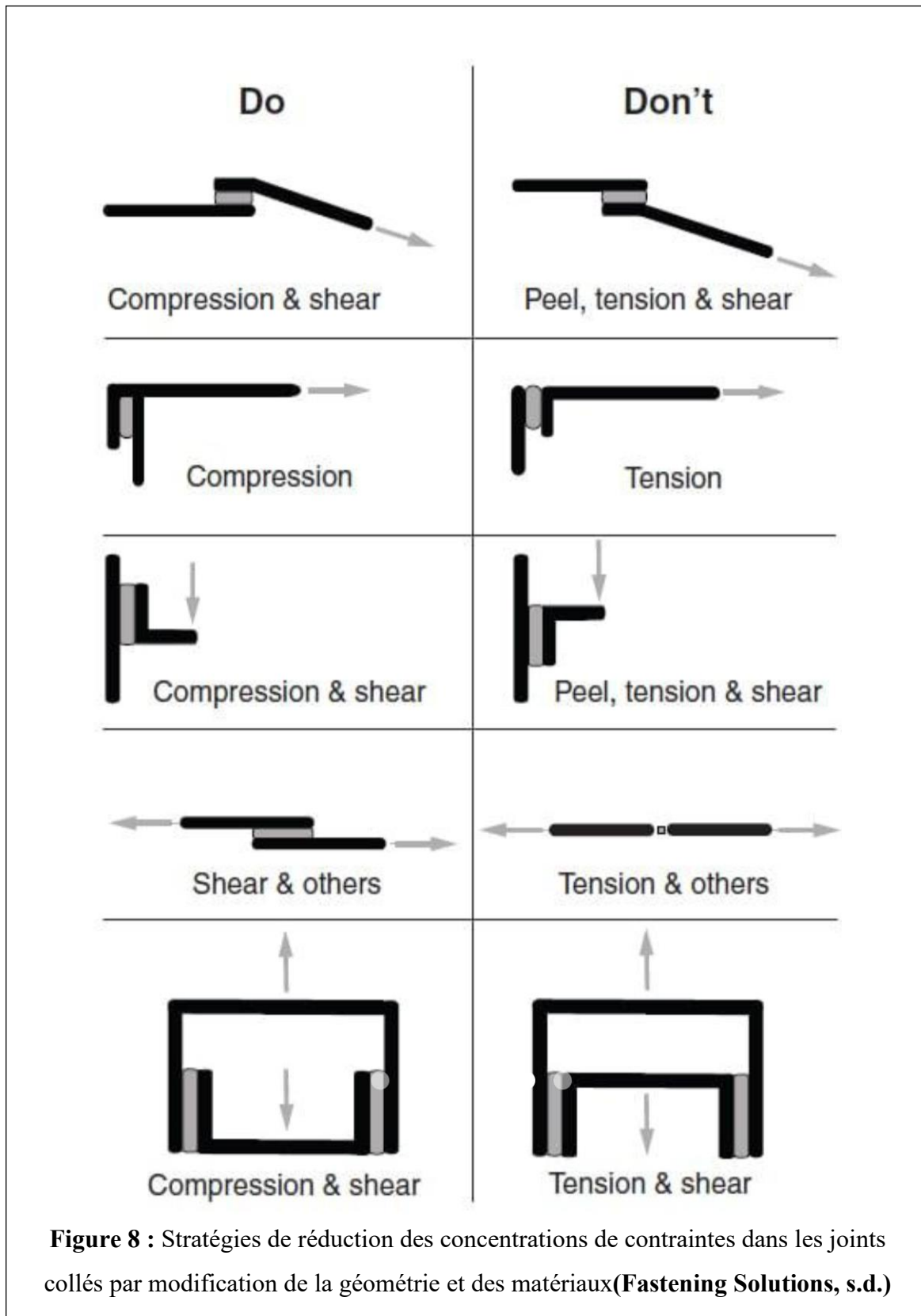
4. Concentration des contraintes

Dans les assemblages collés, les zones de fortes contraintes représentent un problème majeur pouvant entraîner la détérioration et la rupture du joint. Ces concentrations se localisent principalement aux extrémités de la zone adhésive, où les sollicitations mécaniques sont plus importantes et non uniformément réparties (Barbosa *et al.*, 2018 ; Kumazawa & Kasahara, 2019 ; Omairey *et al.*, 2021).



Plusieurs méthodes ont été étudiées afin de limiter ces concentrations de contraintes. Parmi les solutions proposées figurent l'utilisation d'adhésifs plus souples, la modification de la géométrie des joints ainsi que l'introduction de techniques permettant de réduire les effets des contraintes(Ozer&Ozden-Yenigun, 2017 ; de Queiroz dos Reis *et al.*, 2020).

Afin d'illustrer l'efficacité des différentes stratégies de réduction des contraintes, une évolution schématique de la contrainte maximale est présentée ci-dessous.



Cependant, ces approches présentent certaines limites, notamment en présence du vieillissement des matériaux et sous des sollicitations mécaniques variées, ce qui peut réduire leurs performances au cours du temps(Soumya *et al.*, 2024 ; Wu *et al.*, 2025).

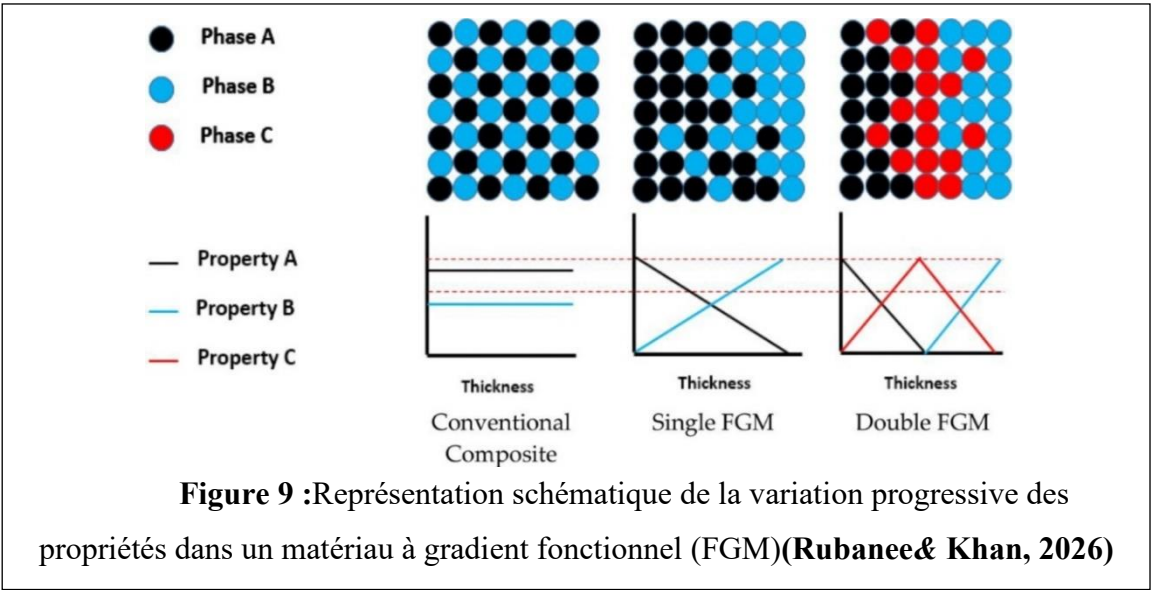
Tableau 2 : Comparaison des différentes stratégies de réduction des concentrations de contraintes dans les assemblages collés .

Méthode	Principe	Avantages	Limites
Adhésifs souple	Réduire rigidité	Simple	Vieillissements
Modification géométrique	Redistribuer contraintes	Efficace	Fabrication Complexe
Peel stopper	Arrêter propagation fissures	Bon contrôle	Coût

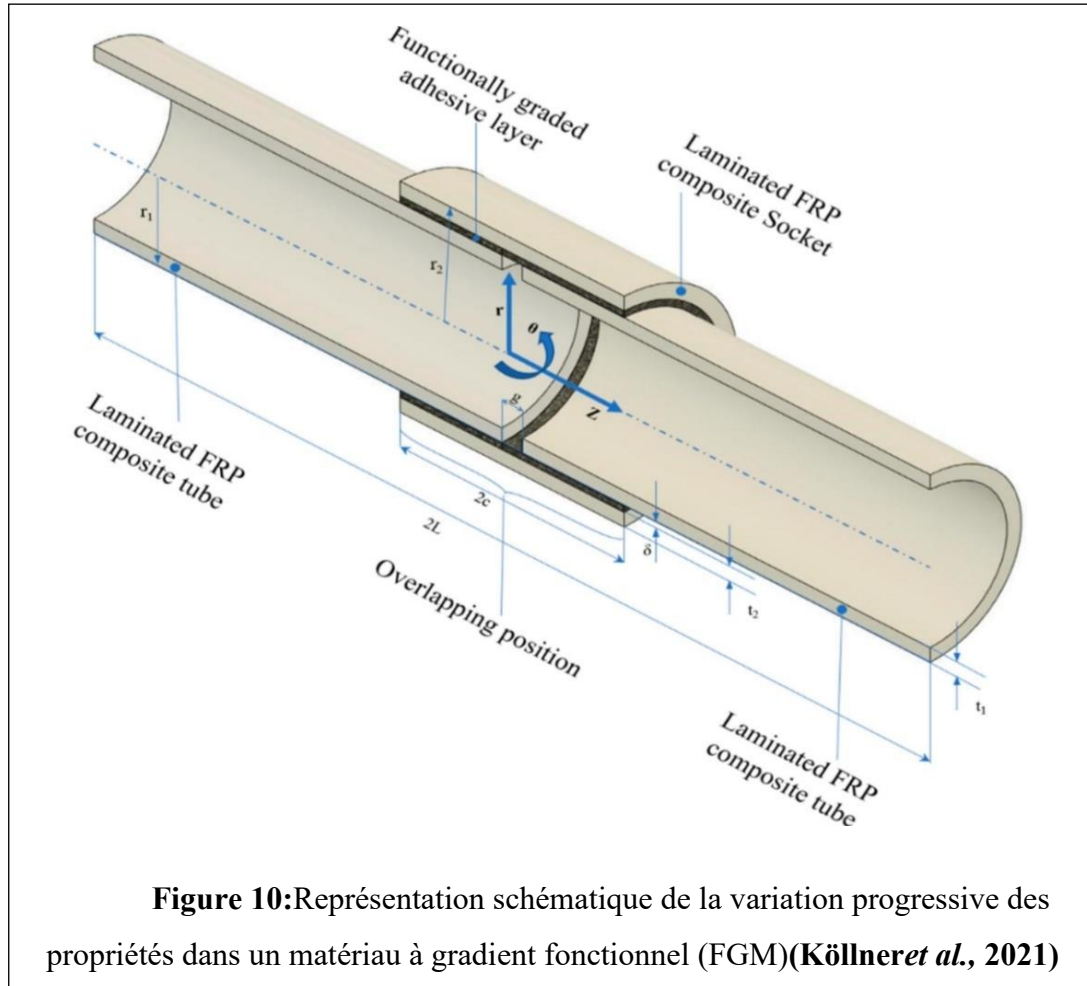
Une meilleure compréhension de ce phénomène est donc essentielle pour optimiser la durabilité et la fiabilité des assemblages collés.

5. Matériaux a gradient fonctionnel (FGM)

Les matériaux à gradient fonctionnel (FGM : FunctionallyGradedMaterials) sont des matériaux dont les propriétés mécaniques varient progressivement d’une zone à une autre. Contrairement aux matériaux homogènes classiques, les FGM permettent d’obtenir une transition continue des propriétés du matériau, ce qui réduit les discontinuités mécaniques et améliore le comportement global de la structure(Ozer&Ozden-Yenigun, 2017 ; de Queiroz dos Reis *et al.*, 2020 ; Rubanee& Khan, 2026).



Dans le domaine des assemblages collés, le concept des adhésifs à gradient consiste à faire varier certaines propriétés mécaniques de l'adhésif, telles que le module d'élasticité ou la rigidité, le long de la zone de collage. Cette variation progressive permet une meilleure répartition des contraintes et limite leur concentration aux extrémités du joint.

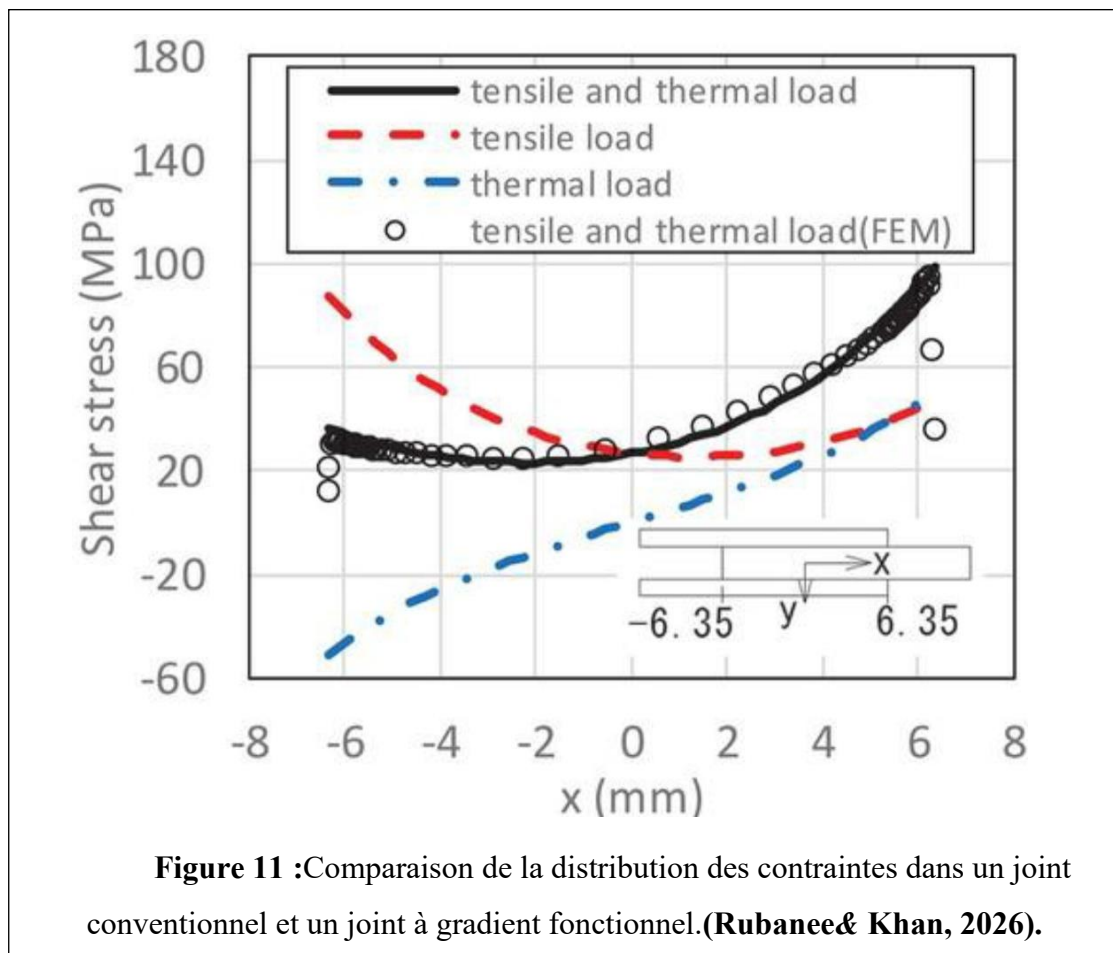


L'utilisation des adhésifs à gradient présente plusieurs avantages. Elle permet notamment de diminuer les contraintes de cisaillement et de pelage, d'améliorer la résistance mécanique du joint et d'augmenter sa durée de vie. Cette technique contribue également à retarder l'initiation et la propagation des fissures dans les zones critiques.

Plusieurs types de gradients peuvent être utilisés dans les joints collés, tels que les gradients linéaires, exponentiels ou par couches successives. Le choix du type de gradient dépend des conditions de chargement ainsi que des performances recherchées.

Tableau 3 : Comparaison des principaux gradients utilisés dans les adhésifs FGMadapté de **Ozer et Ozden-Yenigun (2017) ; de Queiroz dos Reis *et al.* (2020).**

<u>Types de gradient</u>	<u>Description</u>	<u>Avantages</u>
Linéaire	Variation régulière des propriétés	Conception simple
Exponentielle	Variation rapide dans certaines zones	Réduction efficace contraintes
Par couches	Superposition de couches de rigidité	Fabrication plus facile
Personnalisé	Distribution adaptée aux chargement	Optimisation des performances



Ainsi, les matériaux à gradient fonctionnel représentent une solution prometteuse pour améliorer la fiabilité et la durabilité des assemblages collés, particulièrement dans des conditions de vieillissement et de sollicitations mécaniques sévères(Ozer&Ozden-Yenigun, 2017 ; de Queiroz dos Reis *et al.*, 2020 ; Rubanee & Khan, 2026).

6. Modélisation numérique par éléments finis

La méthode des éléments finis est une technique numérique largement utilisée pour étudier le comportement mécanique des structures complexes. Elle permet de simuler la distribution des contraintes, des déformations ainsi que les phénomènes de concentration des contraintes dans les assemblages collés (Barbosa *et al.*, 2018 ; Kumazawa & Kasahara, 2019).

Le principe de cette méthode consiste à diviser la structure étudiée en un grand nombre de petits éléments reliés entre eux par des nœuds. Les équations mécaniques sont ensuite résolues numériquement sur l'ensemble de la structure afin d'obtenir une approximation du comportement réel (Omairey *et al.*, 2021 ; Barbosa *et al.*, 2018).

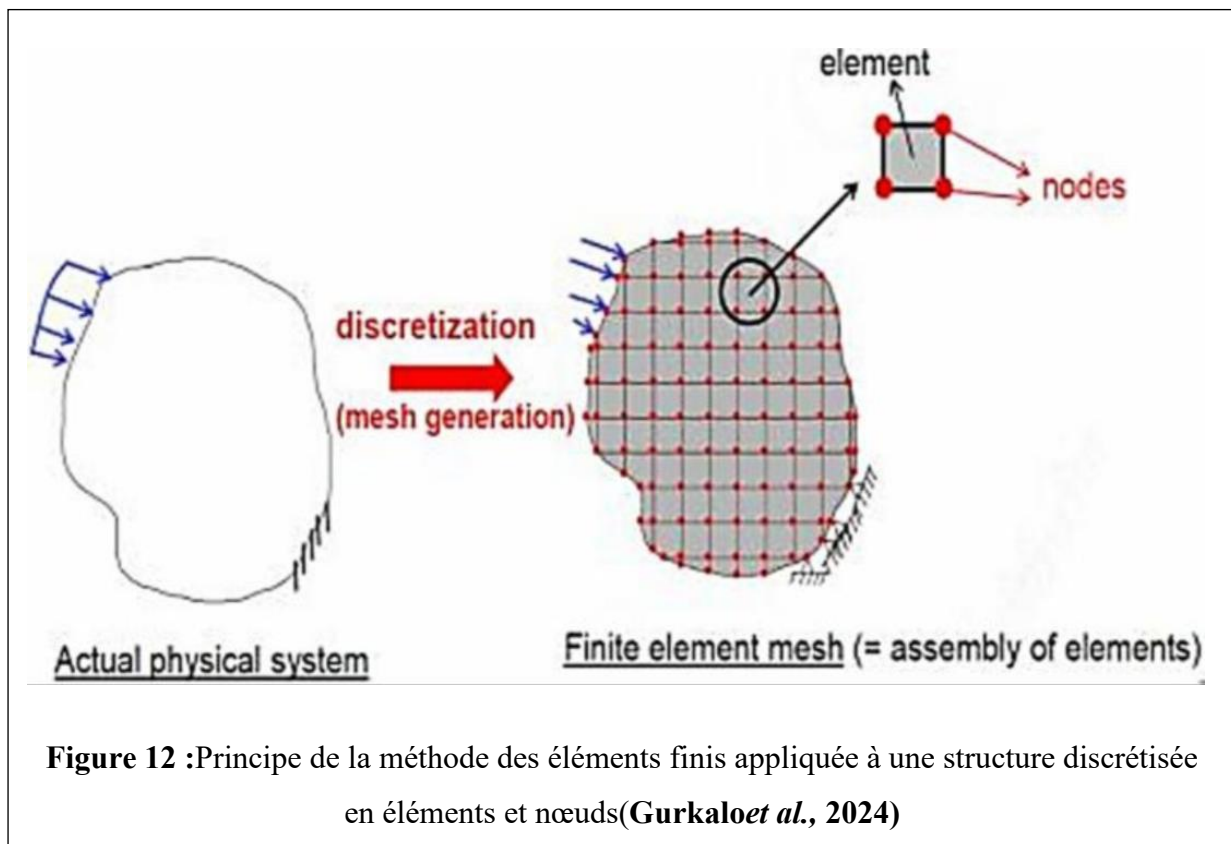


Figure 12 : Principe de la méthode des éléments finis appliquée à une structure discrétisée en éléments et nœuds (Gurkalo *et al.*, 2024)

Dans le cas des joints collés, la modélisation par éléments finis permet d'analyser l'influence de différents paramètres tels que la géométrie du joint, l'épaisseur de l'adhésif, les propriétés mécaniques des matériaux ainsi que les effets du vieillissement (Soumya *et al.*, 2024 ; Wu *et al.*, 2025).

Cette approche est particulièrement utile pour étudier les adhésifs à gradient fonctionnel, car elle permet de visualiser l'évolution des contraintes dans la zone adhésive et d'évaluer l'efficacité des différentes configurations de gradient (Ozer & Ozden-Yenigun, 2017 ; de Queiroz dos Reis *et al.*, 2020).

Tableau 4 : Paramètres influençant le comportement des assemblages collés en modélisation par éléments finis adapté de **Barbosa et al. (2018)**

<u>Paramètre étudié</u>	<u>Effet sur les joint collé</u>
Épaisseur de l'adhésif	Influence directe sur la rigidité et les contraintes
Géométrie du joint	Change la distribution des contraintes
Propriété des matériaux	Détermine la résistance globale
Vieillessement	Réduit les performances mécaniques
Gradient fonctionnel	Améliore la répartition des contraintes

Par ailleurs, des logiciels spécialisés tels que SOLIDWORKS Simulation sont utilisés pour réaliser ce type de simulation numérique. Ces outils permettent d'analyser le comportement mécanique des assemblages collés, de visualiser la distribution des contraintes et d'optimiser la conception avant la réalisation des essais expérimentaux (**Barbosa et al., 2018 ; Omairey et al., 2021**).

Ainsi, la modélisation numérique constitue un outil essentiel pour l'analyse et l'optimisation des assemblages collés soumis à différentes conditions de chargement et de vieillissement (**de Queiroz dos Reis et al., 2020**).

7. Conclusion

À travers cette revue bibliographique, les principaux concepts relatifs aux joints collés, aux matériaux fonctionnellement gradués et aux phénomènes de vieillissement ont été présentés. Cette étude a permis de mettre en évidence les limites des adhésifs conventionnels, notamment la concentration des contraintes et la dégradation de leurs propriétés mécaniques sous l'effet des conditions environnementales. Les matériaux fonctionnellement gradués apparaissent comme une solution prometteuse pour améliorer la répartition des contraintes et la durabilité des assemblages collés. Les connaissances présentées dans ce chapitre serviront de base à la méthodologie adoptée dans le chapitre suivant.

CHAPITRE II : Approche méthodologique et plan de recherche

1. Introduction

Ce deuxième chapitre est consacré à la présentation détaillée de la démarche expérimentale mise en œuvre pour répondre aux objectifs de notre étude. Afin de concevoir un assemblage collé performant et d'analyser son comportement face aux agressions environnementales, il est indispensable de maîtriser les caractéristiques des matériaux de base ainsi que les protocoles de préparation.

Dans un premier temps, nous détaillerons la nature des composants utilisés, à savoir la matrice époxy et les nanoparticules d'alumine (Al_2O_3), qui constituent les briques élémentaires de nos joints. Nous exposerons ensuite de manière rigoureuse la méthodologie d'élaboration des éprouvettes, en mettant un accent particulier sur le protocole innovant permettant d'obtenir un adhésif à gradient de propriétés (FGM). Enfin, nous décrirons les différentes techniques de caractérisation mécanique ainsi que les dispositifs expérimentaux employés pour simuler les vieillissements thermiques, hygrothermiques et sous rayonnement ultraviolet (UV). Cette rigueur méthodologique garantit la fiabilité et la reproductibilité des résultats qui seront analysés dans le chapitre suivant.

L'optimisation des performances mécaniques et de la durabilité des assemblages collés repose intrinsèquement sur le contrôle rigoureux des paramètres de formulation de la matrice polymère et sur la maîtrise de l'architecture interne du joint. Dans le cadre de cette étude, le choix s'est porté sur une résine époxy comme matrice de base en raison de ses excellentes propriétés d'adhésion, de sa stabilité chimique et de sa large utilisation dans les applications industrielles. Cependant, pour surmonter la problématique majeure liée à la concentration des contraintes aux extrémités des joints, l'introduction de nanoparticules d'alumine (Al_2O_3) s'avère une stratégie judicieuse. L'intégration de ces nano-charges permet non seulement d'accroître la rigidité et la résistance à la rupture de la matrice réticulée, mais elle offre également une modularité essentielle. C'est précisément cette modularité qui a permis de concevoir un adhésif à gradient de propriétés fonctionnelles (FGM), où la concentration en nanoparticules varie de manière contrôlée (de 0 % au centre à 5 % aux interfaces et extrémités du joint). Cette configuration tridimensionnelle spécifique est élaborée selon un protocole expérimental strict, visant à allier la ductilité de l'époxy pure dans la zone centrale — propice à la relaxation des contraintes locales — à la haute rigidité des zones chargées en périphérie, là où les sollicitations mécaniques et les amorces de rupture sont maximales. En outre, au-delà de l'amélioration des propriétés mécaniques initiales à l'état sec, cette architecture composite à gradient a été spécifiquement pensée pour modifier la cinétique de diffusion des agents environnementaux et pour faire face aux phénomènes de dégradation photochimique, thermique et hygrothermique qui altèrent la durée de vie des structures assemblées en conditions réelles de service.

2. Modélisation par éléments finis :

Dans cette étude, une modélisation par éléments finis est adoptée afin d'analyser le comportement mécanique des assemblages collés à adhésif à gradient fonctionnel. Un modèle géométrique 2D ou 3D d'un joint collé simple est développé sous SolidWorks Simulation. Ce modèle permet de représenter les différentes parties de l'assemblage, notamment les substrats et la couche adhésive.

L'adhésif est modélisé à l'aide de lois de comportement adaptées permettant de prendre en compte son évolution sous l'effet du chargement mécanique et du vieillissement. Les propriétés mécaniques de l'adhésif peuvent varier progressivement le long de la zone de collage afin de reproduire le concept de matériau à gradient fonctionnel (FGM).

Plusieurs configurations de gradient sont étudiées en faisant varier certains paramètres mécaniques, tels que le module d'élasticité et le coefficient de Poisson. L'objectif est d'évaluer leur influence sur la distribution des contraintes normales (σ), des contraintes de cisaillement (τ) ainsi que des contraintes équivalentes de von Mises(**Kumazawa&Kasahara, 2019**).

Afin d'étudier l'effet du vieillissement, une modification locale des propriétés mécaniques de l'adhésif est introduite dans le modèle numérique. Les résultats obtenus permettront ensuite de comparer les différentes configurations étudiées et d'identifier les profils de gradient les plus performants pour réduire les concentrations de contraintes et améliorer la durabilité du joint collé.

Tableau 5 :principaux paramètres utilisés dans la modélisation numérique(**Soumya et al., 2024 ; Wu et al., 2025**).

<u>Paramètres</u>	<u>Rôle</u>
Module d'élasticité(E)	Détermine la rigidité de l'adhésif
Coefficient de poisson(ν)	Caractérise la déformation latérale
Contrainte normale (σ)	Mesure les efforts de traction/compression
Contrainte de cisaillement (τ)	Mesure les efforts de glissement
Contrainte de bon mises	Critère d'évaluation de la résistance

3. Sélection des matériaux de base :

Dans cette étude, une résine époxy de type Fast Weld a été sélectionnée comme matériau adhésif de base en raison de ses bonnes propriétés mécaniques et de sa capacité à assurer une liaison efficace entre les substrats en PMMA. Afin de concevoir un adhésif à gradient fonctionnel (FGM), des nano-particules d'alumine (Al_2O_3) ont été incorporées à la matrice époxy selon différents taux de charge massique (0 %, 2,5 % et 5 %). Cette variation de la teneur en alumine permet de modifier progressivement les propriétés mécaniques de l'adhésif et d'obtenir une meilleure répartition des contraintes au sein du joint collé. Les zones externes du joint sont caractérisées par une teneur plus élevée en particules, tandis que la région centrale conserve une formulation plus ductile afin de

favoriser la relaxation des contraintes(Mishra et al., 2022 ; Simunin et al., 2023 ; Ozer&Ozden-Yenigun, 2017)

Tableau 6 :Composition du gradient fonctionnel(Mishra et al., 2022)

Zone du joint	Taux d' Al_2O_3
Extrémités	5%
Zones intermédiaires	2,5%
Centre	0%

4. Mise au Point des Techniques de Réalisation de Gradients :

Plusieurs techniques peuvent être utilisées pour réaliser un adhésif à gradient fonctionnel. Parmi celles-ci figurent le dépôt séquentiel de formulations différentes, la diffusion contrôlée d'agents modificateurs et l'utilisation de champs externes pour orienter certains renforts. Dans le cadre de cette étude, la technique retenue est celle du dépôt séquentiel couche par couche, en raison de sa simplicité de mise en œuvre et de sa capacité à produire un gradient de propriétés mécaniques au sein du joint collé(Carbaset al., 2017 ; Ozer&Ozden-Yenigun, 2017).

La réalisation du gradient a été effectuée à partir d'une résine époxy de type Fast Weld modifiée par différentes teneurs en nano-particules d'alumine (Al_2O_3). Trois formulations ont été préparées correspondant à des taux de charge de 0 %, 2,5 % et 5 % en masse. Les nano-particules ont été incorporées à la résine après une étape préalable de traitement et de séchage afin d'assurer une meilleure dispersion dans la matrice polymère(Mishra et al., 2022 ; Ahmed et al., 2023).

Après préparation des différentes formulations, la zone de recouvrement a été subdivisée en plusieurs régions correspondant aux différentes concentrations de particules. La formulation contenant 5 % d'alumine a été déposée aux extrémités du joint, où les concentrations de contraintes sont généralement les plus élevées. Les zones intermédiaires ont reçu la formulation à 2,5 %, tandis que la partie centrale a été réalisée à partir de résine époxy non chargée (0 %), offrant un comportement plus ductile(Carbaset al., 2017).

Les différentes couches ont été déposées successivement selon un procédé de type « humide sur humide » (wet-on-wet), permettant de conserver une continuité entre les zones avant la polymérisation complète de l'adhésif. Cette méthode favorise l'interdiffusion des constituants à l'interface des différentes couches et contribue à la formation d'un gradient progressif de propriétés mécaniques(Carbaset al., 2014).

Afin de garantir la qualité du joint, l'assemblage a ensuite été maintenu sous pression à l'aide d'un dispositif de serrage adapté. Cette opération permet de contrôler l'épaisseur de la couche adhésive, d'améliorer le contact entre les surfaces et de favoriser l'homogénéité du gradient obtenu. Les

assemblages ont finalement été laissés au repos pendant la durée nécessaire à la polymérisation avant la réalisation des essais de vieillissement et de caractérisation(Ozer&Ozden-Yenigun, 2017). En conclusion, ce deuxième chapitre a permis de poser les fondations expérimentales indispensables à la concrétisation de notre étude sur les adhésifs à gradient fonctionnel. La description exhaustive des fiches techniques des matériaux et la maîtrise des paramètres de formulation (notamment l'introduction progressive des charges d'alumine à 0 % et 5 %) nous ont permis de fabriquer avec succès des joints homogènes et des joints FGM stables.

Les protocoles de vieillissement accéléré mis en place (immersion hygrothermique, exposition thermique à 70 °C et cycles de rayonnement UV) ont été rigoureusement calibrés pour simuler de manière réaliste les conditions de service industrielles et environnementales. Disposant désormais d'un parc d'éprouvettes correctement élaborées et de techniques de caractérisation mécanique par traction bien définies, nous sommes en mesure d'aborder sereinement la phase d'analyse. Le chapitre suivant sera ainsi dédié à la présentation, la comparaison et l'interprétation des résultats mécaniques issus de ces différents tests de durabilité.

5. Conclusion

Ce deuxième chapitre a présenté la démarche méthodologique adoptée pour la réalisation de cette étude. Les matériaux utilisés, les différentes étapes de préparation des adhésifs à gradient fonctionnel (FGM), ainsi que les protocoles de vieillissement et les méthodes de caractérisation mécanique ont été décrits en détail. Cette méthodologie constitue une base essentielle pour l'analyse et l'interprétation des résultats expérimentaux, qui seront présentés et discutés dans le chapitre suivant.

CHAPITRE III : Validation Expérimentale et Durabilité

1. Introduction

Ce troisième chapitre est consacré à la validation expérimentale ainsi qu'à l'évaluation de la durabilité des assemblages collés à adhésif homogène et à gradient fonctionnel (FGM). Il présente les différentes étapes de caractérisation mécanique à travers les essais de traction, ainsi que les simulations numériques réalisées par la méthode des éléments finis sous SolidWorks Simulation. Les effets des différents types de vieillissement, notamment le vieillissement hygrothermique, thermique et sous rayonnement ultraviolet (UV), sont également étudiés afin d'évaluer leur influence sur les performances mécaniques des assemblages. Les résultats obtenus sont ensuite analysés et comparés afin de mettre en évidence l'apport de l'architecture à gradient fonctionnel dans l'amélioration de la résistance mécanique et de la durabilité des joints collés.

2. Modélisation numérique et simulation par éléments finis (SolidWorks) :

Afin de compléter l'analyse expérimentale des assemblages collés, une modélisation numérique par éléments finis a été réalisée à l'aide du logiciel SolidWorks Simulation. Cette approche permet de visualiser la distribution des contraintes et des déformations au sein du joint collé et d'évaluer l'influence de l'architecture à gradient fonctionnel (FGM) sur le comportement mécanique.

Le modèle étudié représente un assemblage collé simple constitué de deux substrats en Plexiglas (PMMA) reliés par une couche adhésive. Différentes configurations ont été simulées, notamment l'adhésif homogène (0 % et 5 % d' Al_2O_3) ainsi que l'adhésif à gradient fonctionnel (FGM).

Les conditions aux limites appliquées correspondent à un chargement en traction uniaxiale, reproduisant les conditions de l'essai expérimental. Un maillage adapté a été utilisé afin d'assurer la précision des résultats dans la zone critique du joint.

Les résultats de la simulation incluent la distribution des contraintes normales (σ), des contraintes de cisaillement (τ) ainsi que des contraintes équivalentes de von Mises. Ces résultats permettent de comparer les différentes configurations étudiées et de mettre en évidence l'effet bénéfique du gradient fonctionnel sur la réduction des concentrations de contraintes aux extrémités du joint.

Enfin, les résultats numériques obtenus sont en bon accord avec les observations expérimentales, confirmant ainsi l'intérêt de l'utilisation des adhésifs à gradient fonctionnel pour améliorer la performance mécanique et la durabilité des assemblages collés.

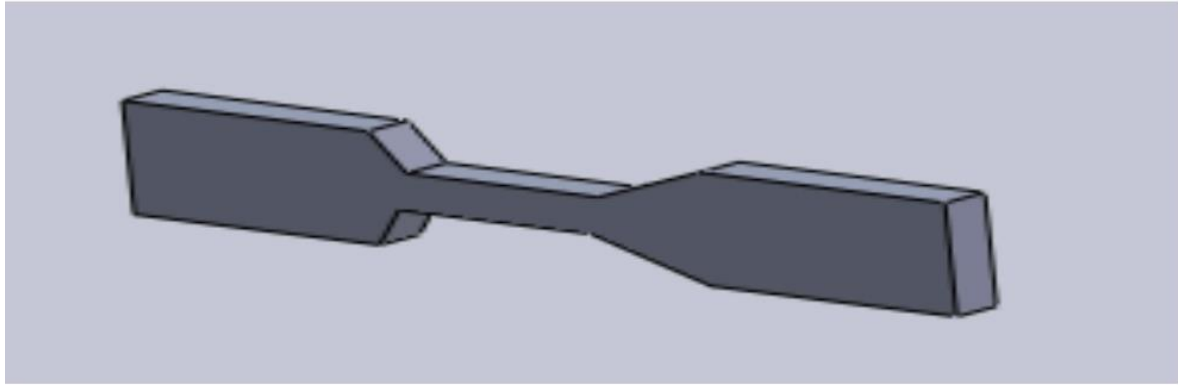


Figure 13: Eprouvette de l'essai traction simple selon la norme ASTM D638 Type5

3. Élaboration du matériau composite

Section : Élaboration et justification mécanique du joint adhésif à gradient fonctionnel (FGM)

« Afin de pallier les limites intrinsèques des assemblages collés homogènes — notamment la sévérité des concentrations de contraintes de pelage (σ_{zz}) et de cisaillement (τ_{xz}) localisées aux extrémités du recouvrement sous sollicitation de traction — une stratégie d'optimisation par adhésif à gradient fonctionnel de propriétés (FGM - Functionally Graded Material) a été mise en œuvre. L'architecture tridimensionnelle du joint a été conçue pour lisser les discontinuités de rigidité à l'interface adhésif/substrat en Plexiglas (PMMA), substituant ainsi un profil de déformation discret par une transition continue et progressive. Le système retenu repose sur un gradient symétrique à trois couches discrètes intégrant des taux de charge massique de 0 %, 2,5 % et 5 % en nanoparticules d'alumine (Al_2O_3).

Sur le plan expérimental, l'élaboration d'un tel gradient se heurte à la réactivité exothermique et à la cinétique de polymérisation ultra-rapide de la matrice époxy sélectionnée (Fast Weld), dont le temps de gel critique n'excède pas 4 minutes à température ambiante. Pour contourner cette contrainte rhéologique sans altérer le degré de réticulation final, un protocole strict de dépôt séquentiel de type "humide sur humide" (wet-on-wet) a été développé. Dans un premier temps, la phase liquide de la résine (composant A) a été pesée et fractionnée de manière asymétrique dans trois récipients distincts. Les fractions correspondantes de nano-poudres d'alumine — préalablement soumises à un traitement de fonctionnalisation chimique au NaOH à 5 % et à un séchage déshydratant à l'étuve à 100 °C pendant 12 heures — ont été incorporées par agitation mécanique assistée par ultrasons afin de rompre les agglomérats et de garantir une dispersion homogène au sein de la matrice.

En parallèle, la surface des plaques et des doubles couvre-joints en Plexiglas a subi une préparation de surface rigoureuse par abrasion mécanique standardisée (papier abrasif de granulométrie 180) visant à accroître la rugosité géométrique et à optimiser le mouillage mécanique, suivie d'un dégraissage chimique par immersion dans l'alcool isopropylique. La zone de recouvrement globale, d'une longueur nominale définie, a été subdivisée graphiquement en trois bandes géométriques distinctes.

La phase d'application a exigé une synchronisation chronométrée rigoureuse : les durcisseurs (composant B) ont été introduits séquentiellement dans les trois formulations. La formulation à haute performance mécanique (5 % Al₂O₃), caractérisée par une viscosité thixotrope plus élevée et un module d'élasticité supérieur après cuisson, a été méticuleusement déposée aux deux extrémités externes de la zone de jonction, zones anatomiquement sujettes au phénomène de singularité de contraintes en bout de joint. La formulation intermédiaire à 2,5 % a été positionnée dans les zones adjacentes, tandis que l'époxy pure (0 %), plus ductile et propice à la relaxation des contraintes locales, a été confinée à la section centrale du joint.

Immédiatement après le dépôt des trois segments adhésifs encore fluides, le double couvre-joint a été rabattu et l'ensemble de l'assemblage a été positionné sous une presse micrométrique pourvue de cales de butée latérales calibrées à 0,1 mm. Cette mise sous charge hydrostatique immédiate remplit un double rôle mécanique fondamental : d'une part, elle contraint l'épaisseur du joint à une valeur optimale limitant les effets de moment de flexion parasite ; d'autre part, elle induit une interdiffusion moléculaire forcée aux frontières des trois zones adhésives encore non polymérisées. Ce phénomène d'interpénétrabilité des chaînes macromoléculaires à l'état frais élimine les plans de cisaillement francs inter-couches, convertissant le dépôt multicouche initial en un gradient de propriétés continu. Les assemblages ont ensuite été maintenus sous pression hydrostatique pendant une durée minimale de 2 heures à température ambiante, stabilisant le réseau polymère avant l'application des protocoles de vieillissement hygrothermique, thermique et photochimique. »

4. Essai de traction simple :

Afin d'évaluer la résistance au cisaillement et le comportement à la rupture des joints collés structuraux, des essais de traction-cisaillement uni axiaux ont été conduits sur une machine d'essais universelle Zwick/Roell. Les éprouvettes ont été positionnées de façon rigoureuse dans les mors mécaniques afin d'assurer un parfait alignement de l'axe de sollicitation et de limiter les effets de bras de levier (moments de flexion parasites) inhérents aux configurations à simple recouvrement.

La mise en charge a été effectuée à une vitesse de traverse constante en mode quasi-statique, permettant de suivre la propagation progressive des microfissures au sein de la matrice adhésive ou à l'interface substrat/adhésif. Le système d'acquisition automatisé a enregistré en continu l'évolution de la charge en fonction du déplacement. Ces mesures permettent de quantifier la charge maximale

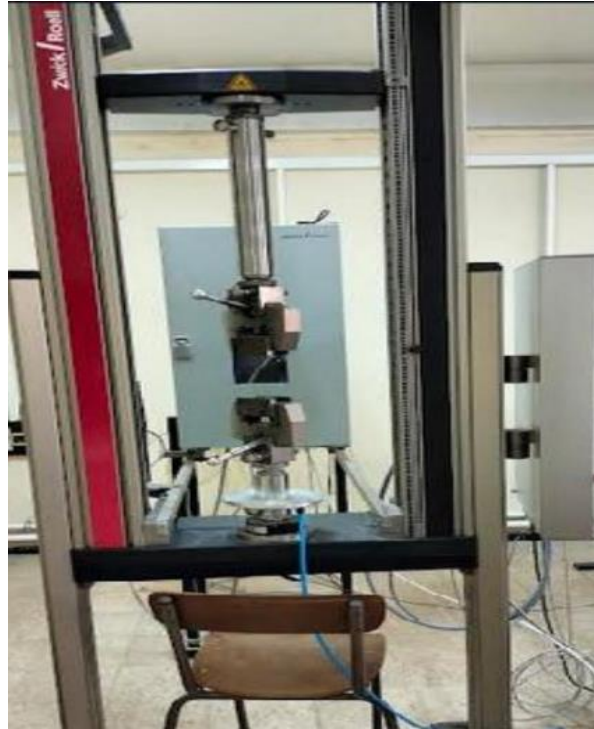


Figure 14 : Machine d'essais Servohydrauliques

supportée par le joint, de calculer la contrainte moyenne de cisaillement à la rupture, et d'analyser l'efficacité des traitements de surface ou des renforts particuliers intégrés. La présence d'une enceinte thermique thermorégulée en arrière-plan offre également la possibilité d'étudier la dégradation des propriétés adhésives sous l'effet de cycles thermiques.

5. Traitement par les rayons ultraviolet :

Le protocole de post-traitement photochimique des éprouvettes a été standardisé à l'aide d'une unité de post-cuisson Anycubic Wash & Cure 3 selon les étapes successives suivantes :

- a. **Nettoyage initial :** Les échantillons sont d'abord soumis à un cycle de lavage automatisé par agitation afin de dissoudre la résine ou les monomères résiduels non polymérisés présents en surface.
- b. **Séchage et positionnement :** Après un séchage complet à l'air ambiant, les pièces sont disposées de manière géométrique au centre du plateau rotatif horizontal.
- c. **Paramétrage du rayonnement :** Le capot de protection filtrant (jaune) est mis en place pour confiner le rayonnement. La station est ensuite configurée pour un cycle d'exposition UV d'une durée optimisée [insérer la durée, ex: de 15 minutes]

- d. **Réticulation homogène** : Durant le cycle, la rotation continue à 360° du plateau associée au flux de la colonne de LED UV assure une insolation tridimensionnelle uniforme. Ce bombardement photonique finalise la polymérisation de la matrice, garantissant la reproductibilité des propriétés structurales des éprouvettes avant les tests de traction.

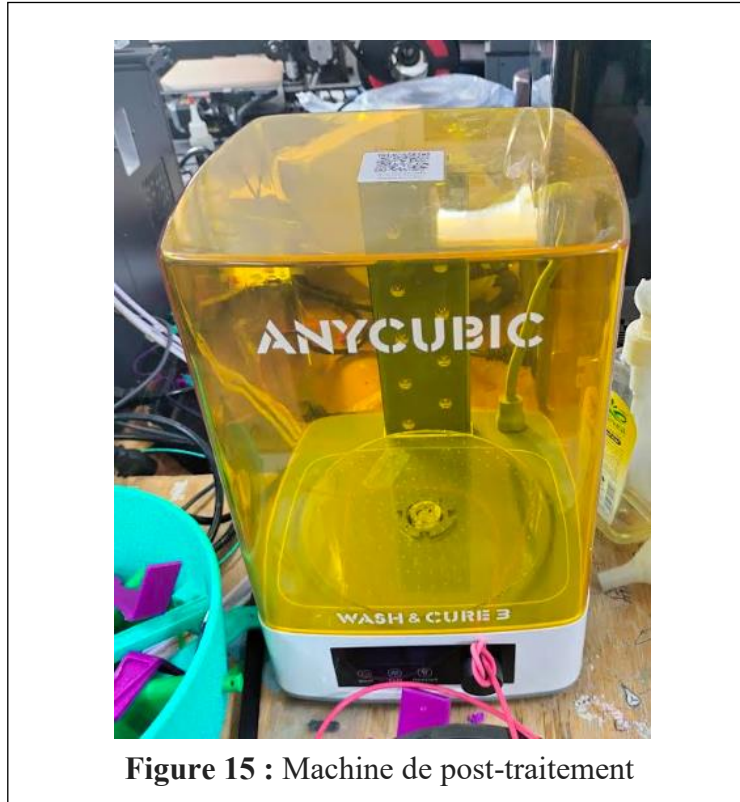


Figure 15 : Machine de post-traitement

L'analyse de la Figure 16 met en évidence le comportement mécanique en traction (σ en fonction de la déformation ε %) de trois configurations distinctes d'assemblages collés : l'adhésif pur (non chargé), l'adhésif homogène renforcé à 5 % de nano-particules d'alumine (Al_2O_3), et l'adhésif à gradient fonctionnel (FGM).

6. Effet du renfort particulaire (Adhésif homogène 5 % vs Adhésif pur 0 %)

Augmentation de la rigidité et de la résistance : L'introduction homogène de 5 % de nano-particules d'alumine (courbe rouge) modifie radicalement le comportement de la matrice époxy pure (courbe noire). La pente de la courbe (qui représente le module d'élasticité) est nettement plus raide, et la contrainte maximale à la rupture passe d'environ 32 MPa (pour le 0 %) à près de 49 MPa (pour le 5 %).

Mécanisme mécanique : Les nano-particules d'alumine, préalablement fonctionnalisées et dispersées de manière homogène, agissent comme des obstacles rigides au sein de la matrice. Elles limitent la mobilité des chaînes macromoléculaires de l'époxy et bloquent la progression des microfissures, augmentant ainsi la capacité de charge du joint. En contrepartie, on observe une légère baisse de la ductilité (déformation maximale plus faible avant rupture).

7. Performance de l'adhésif à gradient fonctionnel (FGM)

- **Optimisation de la contrainte à la rupture :** La courbe verte, correspondant au joint FGM, surclasse les deux configurations homogènes en atteignant la contrainte à la rupture la plus élevée, soit environ 54 MPa.
- **Comportement élastique progressif :** Dans la première phase de déformation ($\varepsilon < 0,5\%$), la courbe du FGM présente une rigidité intermédiaire, légèrement inférieure à celle du joint homogène à 5 %. Cela s'explique par son architecture symétrique : les zones externes contiennent 5 % d'alumine (très rigides), mais la zone centrale est constituée d'époxy pure (plus ductile), ce qui confère une souplesse globale initiale à l'assemblage.

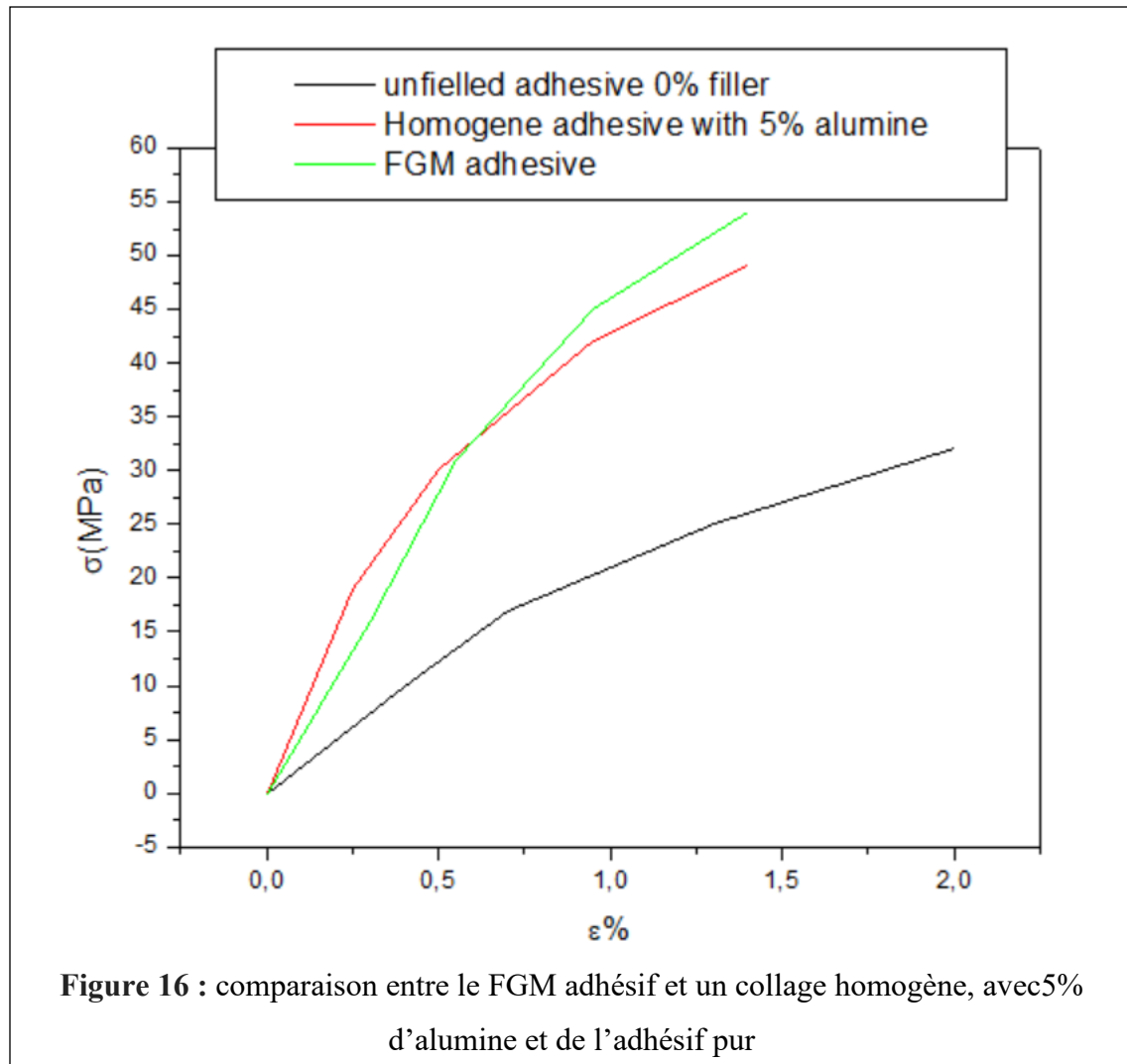
8. Justification de la supériorité du concept FGM

La performance supérieure du joint FGM (~54 MPa contre ~49 MPa pour le joint à 5 % d'alumine) valide parfaitement les choix de conception expérimentaux :

Lissage des singularités de contraintes : Dans un joint homogène (même chargé à 5 %), la rupture est souvent prématurée à cause des fortes concentrations de contraintes de pelage (σ_{zz}) et de cisaillement (τ_{xz}) localisées aux extrémités du recouvrement.

- **Transition continue :** Grâce au protocole de dépôt "humide sur humide" (wet-on-wet) sous presse micrométrique, l'interdiffusion moléculaire forcée a éliminé les interfaces abruptes entre les couches (0 %, 2,5 % et 5 %). Le joint FGM transfère et répartit donc les charges de manière beaucoup plus homogène sur toute la longueur du recouvrement.
- **Synergie locale :** Le FGM place la formulation à haut module (5 %) là où les contraintes sont maximales (les extrémités externes) et confine l'époxy pure (0 %), plus apte à relaxer les contraintes locales, au centre.

La Figure 16 démontre que la stratégie du gradient fonctionnel (FGM) ne se contente pas d'égaliser le renfort maximal de 5 %, mais optimise la distribution des contraintes au sein de la jonction, permettant à l'assemblage de supporter une charge critique supérieure de ~10% par rapport au meilleur adhésif homogène.



L'analyse de la Figure 17 du document met en évidence l'effet du vieillissement hygrothermique (immersion dans l'eau pendant 72 heures) sur le comportement en traction (σ en fonction de la déformation ϵ %) des trois types de joints adhésifs étudiés.

En comparant les courbes avant vieillissement (courbes noire, verte et bleu cyan) et après immersion (courbes rouge, bleue et rose), on peut structurer l'interprétation selon les axes suivants

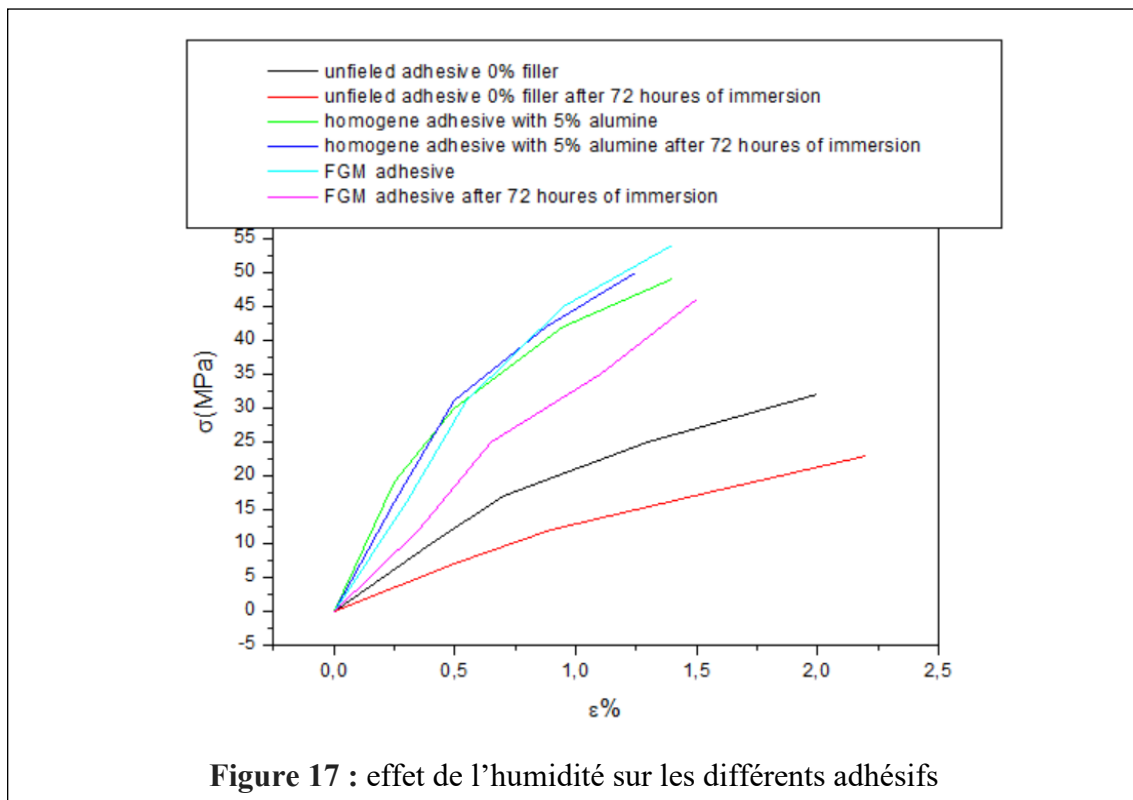
- **Phénomène global de plastification par l'humidité** : Pour toutes les configurations sans exception, l'exposition à l'humidité induit des changements caractéristiques de la plastification des matrices polymères sous l'effet de l'absorption d'eau :

Chute de la rigidité (module d'élasticité) : La pente initiale de chaque courbe diminue après 72 heures d'immersion.

- **Diminution de la contrainte à la rupture** : Les valeurs maximales de contrainte (σ) sont systématiquement plus basses pour les éprouvettes vieilles.

- **Augmentation de la ductilité / capacité de déformation :** Les courbes des éprouvettes immergées s'étirent vers la droite, montrant des déformations à la rupture (ε %) plus élevées. L'eau absorbée agit comme un agent plastifiant intermoléculaire, augmentant le volume libre et la mobilité des chaînes macromoléculaires de l'époxy.
- **Comportement spécifique et sensibilité du joint FGM :** Un point critique apparaît lors de l'analyse de cette Figure 17 :
- **Inversion des performances à l'état vieilli :** À l'état initial (sec), le joint FGM (bleu cyan) était le plus performant (~54 MPa). Cependant, après 72 heures d'immersion, c'est l'adhésif homogène à 5 % (courbe bleue) qui conserve la contrainte à la rupture la plus élevée (~50 MPa contre ~46 MPa pour le FGM vieilli en rose).
- **Explication physique :** Le joint FGM possède une structure architecturée où la zone centrale est constituée d'époxy pure à 0 %. L'époxy pure étant la configuration la plus vulnérable à l'absorption d'eau et à la plastification (comme le montre la courbe rouge), la section centrale du FGM subit un affaiblissement localisé plus prononcé. Cet affaiblissement de la zone centrale ductile réduit l'efficacité globale du gradient par rapport au joint entièrement saturé en nano-particules protectrices à 5 %.

La Figure 17 confirme que l'humidité dégrade les propriétés mécaniques des joints par plastification. Bien que la stratégie FGM reste largement supérieure à l'adhésif pur, sa zone centrale non chargée constitue son point faible en milieu humide. Cela met en évidence la nécessité de protéger les chants de ces joints architecturés ou d'optimiser le gradient (par exemple en évitant une zone à 0 % pure au centre) pour les applications en conditions hygrothermiques sévères.



L'analyse de la Figure 18 du document met en évidence l'effet du vieillissement thermique (vieillissement accéléré par exposition à une température constante de 70 °C) sur le comportement mécanique en traction (σ en fonction de la déformation ε %) des trois configurations d'assemblages collés.

En superposant les comportements des éprouvettes initiales (non vieilles) et des éprouvettes ayant subi le traitement thermique (marquées "thermallyaged")

9. Phénomène de post-cuisson thermique généralisé

Contrairement à l'action délétère de l'humidité (Figure 18), l'exposition à une température de 70 °C induit un effet bénéfique majeur sur les matrices polymères : la post-réticulation thermique (post-curing).

- **Augmentation de la rigidité :** Pour les trois types d'adhésifs, les courbes des éprouvettes vieilles thermiquement (rouge, bleue et rose) affichent une pente initiale plus raide que leurs homologues non vieilles (noire, verte et bleu cyan).
- **Hausse de la contrainte à la rupture :** Le traitement à 70 °C a permis d'activer les liaisons chimiques résiduelles de l'époxy qui n'avaient pas totalement réagi lors de la polymérisation initiale à température ambiante. Le réseau macromoléculaire devient plus dense, plus compact et donc mécaniquement plus résistant.

10. Analyse comparative des performances après vieillissement thermique

Le graphique montre une nette amélioration des propriétés, mais avec des nuances importantes selon l'architecture du joint:

- **L'adhésif homogène à 5 % d'alumine (Courbe bleue) :** C'est la configuration qui atteint la résistance absolue la plus élevée, culminant à près de 60 MPa. Les nano-particules d'alumine, combinées à une matrice époxy parfaitement réticulée par la chaleur, maximisent la rigidité et la contrainte de rupture du joint.
- **L'adhésif à gradient fonctionnel FGM (Courbe rose) :** Le joint FGM vieilli thermiquement montre également une progression spectaculaire, atteignant environ 56 MPa (dépassant sa valeur initiale de 54 MPa). L'apport thermique uniformise et consolide la cohésion de sa structure à trois couches.
- **L'adhésif pur à 0 % (Courbe rouge) :** Même l'époxy pure profite de ce traitement, puisque sa contrainte à la rupture bondit de ~32 MPa à 40 MPa. Sa capacité de déformation reste néanmoins la plus élevée du panel.

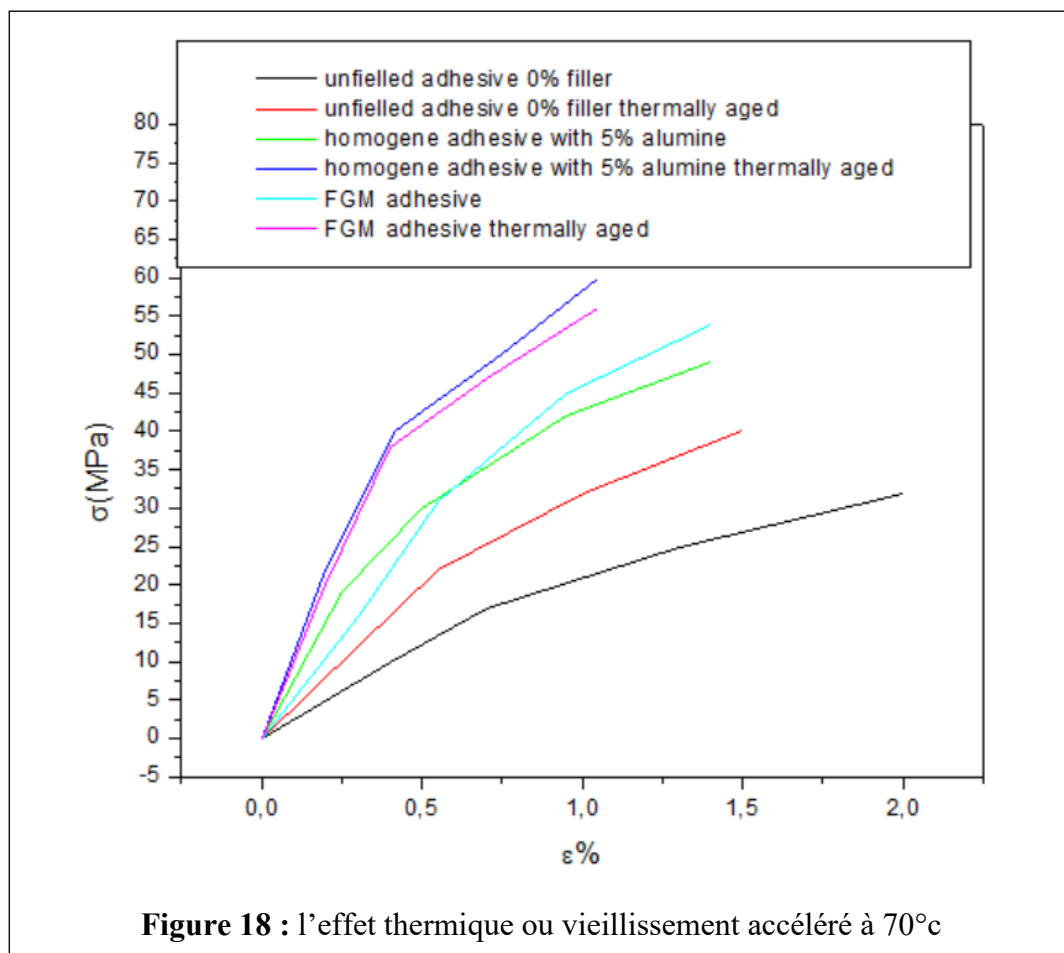
11. Explication de l'inversion FGM / Homogène 5 %

Tout comme pour le vieillissement sous UV (Figure 19), on observe qu'après traitement thermique, le joint homogène à 5 % (bleu) surclasse légèrement le FGM (rose).

À l'état initial (sec), le FGM optimisait la distribution des pointes de contraintes grâce à sa souplesse centrale.

Sous l'effet des 70 °C, la post-réticulation élimine une grande partie de cette souplesse locale : la zone centrale à 0 % devient elle-même beaucoup plus rigide (comme le prouve la courbe rouge à 40 MPa). Le joint FGM perd ainsi une partie de son gradient de souplesse initial, ce qui explique pourquoi sa performance globale converge vers celle du joint homogène entièrement chargé à 5 %.

La Figure 18 démontre de manière flagrante que le vieillissement à 70 °C agit comme un traitement thermique de stabilisation bénéfique. Il permet de pousser les performances de l'adhésif renforcé à 5 % à son maximum structural (~60 MPa) et confirme la très haute stabilité thermique de la configuration FGM (~56 MPa), consolidée par la cuisson de sa matrice polymère.



L'analyse de la Figure 18 met en évidence l'effet du vieillissement sous rayonnement ultra-violet (UV) sur le comportement mécanique en traction (σ en fonction de la déformation ϵ %) des trois configurations d'assemblages collés. Le protocole s'appuie sur une insolation tridimensionnelle uniforme à l'aide d'une unité Ancyubic Wash & Cure 3.

En comparant les courbes initiales (sèches/non vieilles) aux courbes après exposition aux UV

12. Phénomène de post-réticulation vs Photo-dégradation

Contrairement au vieillissement hygrothermique (Figure 16) qui provoquait une chute systématique des performances par plastification, l'effet du rayonnement UV induit ici des comportements contrastés selon la formulation de l'adhésif:

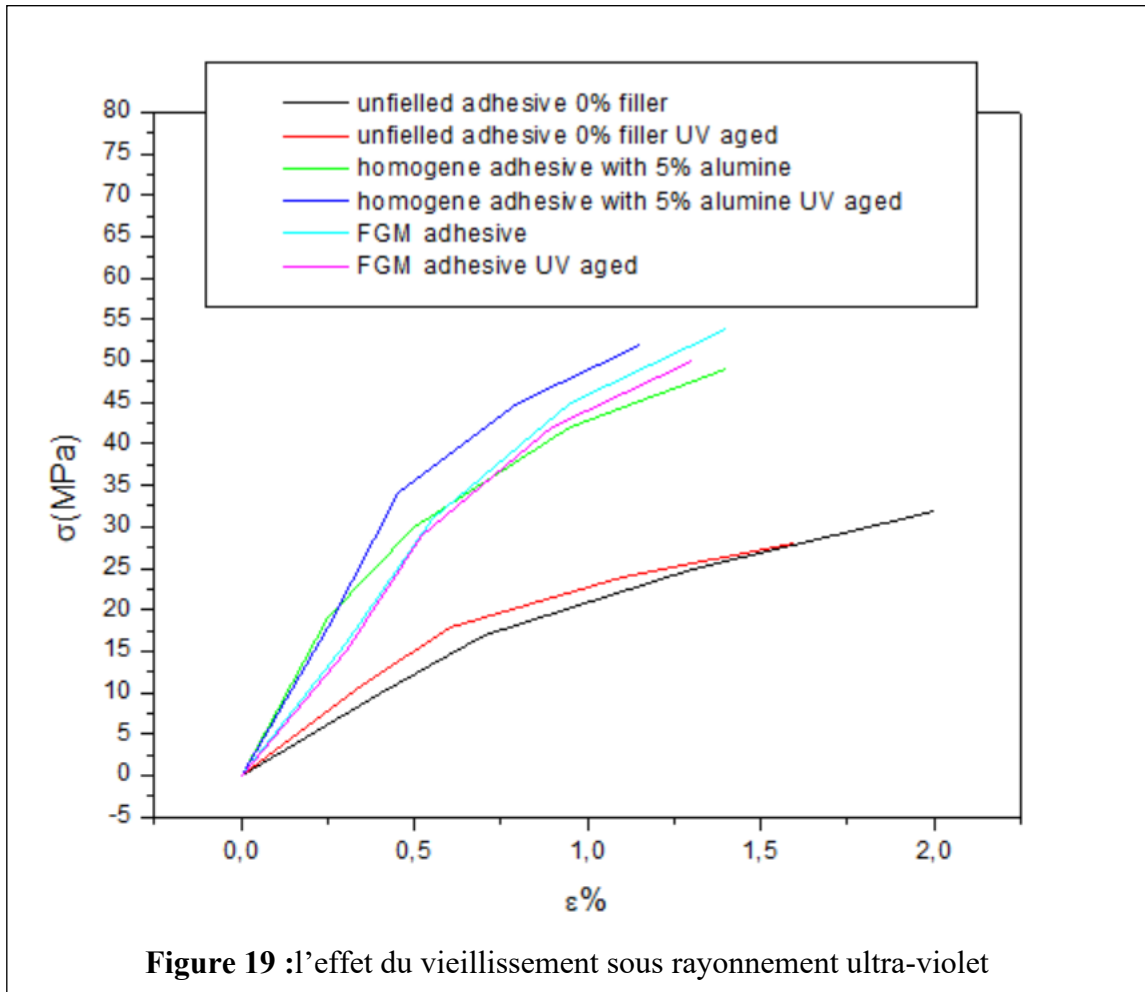
Pour l'adhésif homogène à 5 % d'alumine (Courbe verte vs bleue) : On observe une augmentation notable de la rigidité (pente plus raide) et une amélioration de la contrainte maximale à la rupture, qui passe de ~49 MPa à près de 52 MPa. Ce phénomène s'explique par une post-réticulation (post-curing) photochimique. Le bombardement photonique UV apporte l'énergie nécessaire pour activer les groupements réactifs résiduels de la matrice époxy (Fast Weld), augmentant ainsi la densité de réticulation du réseau polymère et sa cohésion.

Pour l'adhésif pur à 0 % (Courbe noire vs rouge) : La courbe après exposition UV (rouge) se superpose presque parfaitement à la courbe initiale (noire), avec une rupture précoce autour de 28 MPa. L'époxy pure, sans barrière particulière, subit de manière concomitante une légère photo-dégradation (scission de chaînes macromoléculaires sous l'effet des UV) qui compense et annule les bénéfices de la post-réticulation.

13. Comportement et performance du joint à gradient fonctionnel (FGM)

- **Excellente stabilité de la configuration FGM** : La courbe du joint FGM vieilli sous UV (rose) reste extrêmement proche de sa courbe initiale de contrôle (bleu cyan). La contrainte maximale ne subit qu'une baisse infime, se stabilisant à environ 50 MPa (contre ~54 MPa à l'état initial).
- **Mécanisme de protection par le gradient** : Bien que le FGM comporte une section centrale en époxy pure (sensible aux UV), son architecture tridimensionnelle place la formulation chargée à 5 % d'alumine aux deux extrémités externes. Les nano-particules d'alumine (Al₂O₃) situées en surface jouent un rôle d'écran ou de bouclier anti-UV, absorbant et diffusant une grande partie du rayonnement incident. Cela protège les zones critiques du joint (les bouts de joint sujets aux singularités de contraintes) contre la photo-dégradation.

La Figure 18 démontre que le vieillissement UV, contrairement à l'humidité, peut agir comme un facteur d'amélioration des propriétés mécaniques par le biais d'une post-cuisson photonique. Dans ce contexte, l'adhésif homogène à 5 % tire le meilleur parti du rayonnement. Le joint FGM, quant à lui, confirme sa robustesse industrielle : grâce à ses extrémités chargées en nano-alumine, il conserve une résistance élevée (~50 MPa) et s'avère bien protégé contre les dégradations photochimiques de surface.



14. Conclusion

Les résultats présentés dans ce chapitre ont permis de valider expérimentalement et numériquement le concept des adhésifs à gradient fonctionnel (FGM). Les essais mécaniques et les simulations par éléments finis ont montré que l'introduction d'un gradient de propriétés améliore la répartition des contraintes et augmente les performances mécaniques des assemblages collés par rapport aux adhésifs homogènes. L'étude des différents protocoles de vieillissement a également mis en évidence l'influence des conditions environnementales sur le comportement des joints collés. Les résultats obtenus confirment que les adhésifs à gradient fonctionnel constituent une solution prometteuse pour améliorer la durabilité et la fiabilité des assemblages collés dans les applications industrielles.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Ce travail de recherche avait pour objectif principal d'étudier l'efficacité d'un adhésif à gradient de propriétés fonctionnelles (FGM) pour pallier le phénomène critique de concentration des contraintes au sein des assemblages collés, tout en évaluant sa durabilité face à différents types de vieillissements environnementaux (hygrothermique, thermique et photochimique par rayonnement ultraviolet). Pour atteindre cet objectif, une démarche expérimentale et numérique a été adoptée, combinant la conception d'un adhésif à gradient fonctionnel, la réalisation d'essais mécaniques et l'analyse des effets des différents environnements de vieillissement. Les résultats obtenus ont montré que l'adhésif à gradient fonctionnel présente les meilleures performances mécaniques à l'état initial. Grâce à la répartition progressive des propriétés mécaniques au sein de la couche adhésive, les concentrations de contraintes sont réduites aux extrémités du joint, ce qui permet d'améliorer la résistance mécanique et la capacité de charge des assemblages collés.

L'étude du vieillissement hygrothermique a mis en évidence une diminution des propriétés mécaniques de toutes les configurations en raison de l'absorption d'eau et de la plastification de la matrice époxy. Dans ces conditions, l'adhésif homogène renforcé à 5 % d'alumine conserve des performances légèrement supérieures à celles du FGM, principalement en raison de la sensibilité de la zone centrale constituée d'époxy pure. Le vieillissement thermique à 70 °C a, quant à lui, entraîné une amélioration des propriétés mécaniques grâce au phénomène de post-réticulation de la résine époxy. Les performances des différentes configurations ont ainsi été renforcées, confirmant la bonne stabilité thermique des assemblages étudiés.

Concernant le vieillissement sous rayonnement ultraviolet, les résultats ont montré que le FGM possède une excellente stabilité. Les nanoparticules d'alumine présentes aux extrémités du joint jouent un rôle protecteur contre la photo-dégradation, permettant ainsi de conserver une résistance mécanique élevée après exposition aux UV. En conclusion, cette étude confirme que l'utilisation d'un adhésif à gradient de propriétés fonctionnelles constitue une solution efficace pour améliorer le comportement mécanique et la durabilité des assemblages collés. Les résultats expérimentaux et numériques obtenus mettent en évidence l'intérêt de cette approche pour optimiser la répartition des contraintes et augmenter la fiabilité des structures collées destinées aux applications industrielles.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- Ahmed, A., Osman, A., El-Hakeem, A. E. M., & Kaytbay, S. (2023). Effects of graphene, alumina, and their hybrid on dynamic mechanical behavior of epoxy-based nanocomposites. *Journal of Composite Materials*. <https://doi.org/10.1177/00219983231160490>
- Barbosa, N. G. C., Campilho, R. D. S. G., Silva, F. J. G., & Moreira, R. D. F. (2018). Comparison of different adhesively-bonded joint configurations for mechanical structures. *Procedia Manufacturing*, 17, 721–728. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.10.122>
- Banea, M. D., da Silva, L. F. M., & Campilho, R. D. S. G. (2021). *Adhesively bonded joints reinforced with nanoparticles: Recent advances and future trends*. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 108, 102887.
- Carbas, R. J. C., da Silva, L. F. M., & Campilho, R. D. S. G. (2017). Functionally graded adhesive joints by graded mixing of nanoparticles. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 76, 30–37. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.02.004>
- da Silva, L. F. M., Öchsner, A., & Adams, R. D. (Eds.). (2011). *Handbook of adhesion technology*. Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-01169-6>
- de Queiroz dos Reis, M., Marques, E. A. S., Carbas, R. J. C., & da Silva, L. F. M. (2020). Functionally graded adherends in adhesive joints: An overview. *Journal of Advanced Joining Processes*, 2, 100033. <https://doi.org/10.1016/j.jajp.2020.100033>
- Gurkalo, F., He, C., Poutos, K., et al. (2024). Effects of innovative reinforced concrete slit shaft configuration on seismic performance of elevated water tanks. *Scientific Reports*, 14, 6113. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-56851-3>
- Kinloch, A. J. (1987). *Adhesion and adhesives: Science and technology*. Springer.
- Köllner, A., Nielsen, M. W. D., Srisuriyachot, J., Rhead, A. T., & Butler, R. (2021). Buckle-driven delamination models for laminate strength prediction and damage tolerant design. *Thin-Walled Structures*, 167, 107468. <https://doi.org/10.1016/j.tws.2021.107468>
- Kumazawa, H., & Kasahara, T. (2019). Analytical investigation of thermal and mechanical load effects on stress distribution in adhesive layer of double-lap metal-composite bonded joints. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 33(4), 425–444. <https://doi.org/10.1080/09243046.2019.1575028>
- Mishra, A., Shukla, M., Shukla, M. K., Srivastava, D., & Nagpal, A. K. (2022). Thermal and mechanical characterization of alumina modified multifunctional novolac epoxy nanocomposites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. <https://doi.org/10.1177/09673911221081827>
- Omairey, S., Jayasree, N., & Kazilas, M. (2021). Defects and uncertainties of adhesively bonded composite joints. *SN Applied Sciences*, 3, 769. <https://doi.org/10.1007/s42452-021-04753-8>

Références bibliographiques

- **Ozer, A., & Ozden-Yenigun, A. (2017).** Functionally graded adhesive joints – A review and prospects. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 76, 83–89. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.03.012>
- **Pizzi, A., & Mittal, K. L. (Eds.). (2018).** *Handbook of adhesive technology* (3rd ed.). CRC Press.
- **Rubanee, Z., & Khan, M. M. (2026).** Functionally graded composite coatings for biomedical implants: Design principles, fabrication strategies and future perspectives. *Next Materials*, 12, 102360. <https://doi.org/10.1016/j.nxmte.2026.102360>
- **Simunin, M. M., Voronin, A. S., Fadeev, Y. V., et al. (2023).** Influence of the addition of alumina nanofibers on the strength of epoxy resins. *Materials*, 16(4), 1343. <https://doi.org/10.3390/ma16041343>
- **Soumya, M., Bera, S., Mathew, P. J., Mohanan, M., Anil, A., Reghunathan, M. M., Joseph, S., Rose, M., Ganesan, S., Thomas, M. G., & Thomas, S. (2024).** Physical aging of polymers and polymer nanocomposites. *Materials Today Communications*, 38, 108140. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.108140>
- **Wu, J., Chen, F., Liu, J., Chen, R., Liu, P., Zhao, H., & Zhao, Z. (2025).** Analysis of residual stress at the interface of epoxy-resin/silicon-wafer composites during thermal aging. *Polymers*, 17(1), 50. <https://doi.org/10.3390/polym17010050>

Webographie

- Celadon Technology Co., Ltd. (s.d.). *Instruction of adhesive tape: The science of adhesive tapes*. Celadon Tech. <https://www.celadon.com.tw/fr/faq/Celadon-Tech-faq-003.html>
- Endeavos Innovations Inc. (s.d.). Finite element analysis of adhesive bonded joints. Endeavos. <https://www.endeavos.com/finite-element-analysis-of-adhesive-bonded-joints/>
- Adezif. (s.d.). *Réaliser un bon collage : conseils, astuces et données techniques*. <https://www.adezif.fr/realiser-un-bon-collage-par-ruban-adhesif>
- **Fastening Solutions.** (s.d.). *Joining composites*. Fastening Solutions. <https://www.fastening-solutions.co.uk/content/features/joining-composites>