

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DJILLALI LIABES DE SIDI BEL

ABBES

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



Thèse

Pour

L'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Mécanique des Matériaux

Présentée Par :

HADJ BOULENOUAR Rachid

Modélisation numérique des assemblages collés à base d'adhésifs nanostructurés

Directeur de thèse :

Mr. BOUTABOUT Benali

Professeur à l'U.D.L. de Sidi Bel Abbès

Co-Directeur de thèse :

Mr. DJEBBAR Nouredine

MCA à l'université de Chlef

Président :

Mr. BACHIR BOUIDJRA Belabbès

Professeur à l'U.D.L. de Sidi Bel Abbès

Examineurs :

Mr. BELHOUARI Mohamed

Professeur à l'U.D.L. de Sidi Bel Abbès

Mr. OUDAD Wahid

Professeur au C. U de Ain Temouchent

Mr. MOULGAADA Madjid

MCA à l'université de Tiaret

Invités :

Mr. SAHLI Abderrahmane

MCA à l'UDL de Sidi Bel Abbès

Année universitaire : 2019-2020

Remerciements

*Je remercie tout d'abord le bon dieu le tout puissant qui nous éclaire
le bon chemin.*

*Je remercie mes encadreurs, le professeur BOUTABOUT Benali, et
Le docteur DJEBBAR Nouredine qui m'ont guidé et soutenu pour la
réalisation de ce travail.*

*Je tiens à exprimer ma gratitude au professeur OUDAD Wahid, qui
par son aide scientifique a permis la réalisation de ce travail.*

*Je remercie infiniment aussi monsieur le président et les membres de
jury et enseignants pendant mes études.*

*Mes remerciements pour l'ensemble des membres de ma famille,
Je remercie vivement et chaleureusement: Ma mère que je la souhaite
une longue vie et bonne santé, ma femme et mes sœurs, je les remercie
pour tout l'aide qu'ils m'ont accordés le long de mes études.*

Rachid HADJ BOULENOUAR.

RESUME

L'objectif de cette étude est d'analyser numériquement par la méthode des éléments finis tridimensionnelle, l'intensité et la répartition des contraintes de Von Mises, de cisaillement et de pelage dans un joint adhésif nanostructuré qui assure l'assemblage de deux plaques en alliage d'Aluminium 2024-T3. Cet adhésif est de nature époxy DER 331, rempli de nanoparticules de silice (SiO_2) sphérique et de même taille dont la teneur varie de 0 % à 30%. Ces nanoparticules de silice sont injectées dans l'adhésif à l'état liquide d'une façon homogène afin de voir leurs effets sur le comportement mécanique du composite époxy-nanosilice. L'adhésif constitue la zone de faiblesse, mais que l'interface avec le substrat reste forte, la rupture est cohésive dans l'adhésif. Avec une approche numérique on présente une étude comparative entre les deux lois de comportements élastique linéaire et élastoplastique du joint adhésif pour montrer l'effet du volume des nanoparticules sur la distribution des contraintes au sein d'un adhésif fissuré et non fissuré. Les contraintes sont évaluées aussi suivant la longueur de recouvrement de l'adhésive et son épaisseur en traversant le front de fissure. Les résultats obtenus numériquement par la méthode des éléments finis montrent que l'ajout des nanoparticules dans la matrice époxyde à comportement ductile contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques du composite époxy-nanosilice, en augmentant sa résistance mécanique à la propagation des fissures. L'utilisation des solutions de nanoparticules pour ralentir la propagation de fissures dans la résine d'époxy, voire même pour les arrêter.

Mots-clés :

Joint à simple recouvrement, Adhésif, Nanoparticules (SiO_2), Contraintes, Facteur d'intensité de contrainte, Intégrale J, comportement élastique, comportement élastoplastique, méthode des éléments finis.

ABSTRACT

The objective of this study is to analyze numerically by the three-dimensional finite element method, the intensity and the distribution of Von Mises, shear and peel stresses in a nanostructured adhesive joint which assembles two plates in Aluminum alloy 2024-T3. This adhesive is of DER 331 epoxy nature, filled with spherical silica (SiO₂) nanoparticles of the same size, the content of which varies from 0% to 30%. These silica nanoparticles are injected into the adhesive in the liquid state in a homogeneous manner in order to see their effects on the mechanical behavior of the epoxy-nanosilica composite. The adhesive is the area of weakness, but as the interface with the substrate remains strong, the failure is cohesive in the adhesive. With a numerical approach, we present a comparative study between the two linear elastic and elastoplastic behavior laws of the adhesive joint to show the effect of the volume of nanoparticles on the stress distribution within a cracked and non-cracked adhesive. The stresses are also evaluated according to the overlap length of the adhesive and its thickness by crossing the crack front. The results obtained numerically by the finite element method show that the addition of nanoparticles in the epoxy matrix with ductile behavior contributes to the improvement of the mechanical properties of the epoxy-nanosilica composite, by increasing its mechanical resistance to the propagation of cracks. The use of nanoparticles solutions to slow down the propagation of cracks in epoxy resin, or even to stop them.

Keywords:

Single lap joint, Adhesive, Nanoparticles (SiO₂), Stresses, Stress intensity factor, Integral J, elastic behavior, elastoplastic behavior, finite element method.

الملخص:

الهدف من هذه الدراسة هو التحليل العددي بطريقة العناصر المحدودة ثلاثية الأبعاد ، كثافة وتوزيع Von Mises ، إجهاد القص σ_{xy} والتتشير σ_{yy} في وصلة لاصقة بنية نانوية والتي تجمع لوحين من سبائك الألومنيوم T3-2024 . هذه المادة اللاصقة من نوع DER 331 الإيبوكسي ، مليئة بجزيئات نانوية كروية (SiO2) من نفس الحجم ، ويختلف محتواها من 0% إلى 30%. يتم حقن جسيمات السيليكا النانوية في المادة اللاصقة في الحالة السائلة بطريقة متجانسة من أجل رؤية آثارها على السلوك الميكانيكي لمركب الإيبوكسي النانوي. المادة اللاصقة هي منطقة الضعف ، ولكن مع بقاء الواجهة مع الركييزة قوية ، يكون الفشل متماسكاً في المادة اللاصقة. مع النهج العددي ، نقدم دراسة مقارنة بين قانوني السلوك المرن الخطي والمرن المطاطي للمفصل اللاصق لإظهار تأثير حجم الجسيمات النانوية على توزيع الإجهاد داخل مادة لاصقة متشققة وغير متشققة. يتم أيضاً تقييم الضغوط وفقاً لطول التراكب للمادة اللاصقة وسمكها عن طريق عبور جبهة الشق أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها رقمياً بطريقة العناصر المحدودة أن إضافة الجسيمات النانوية في مصفوفة الإيبوكسي مع السلوك المرن يساهم في تحسين الخواص الميكانيكية لمركب الإيبوكسي، عن طريق زيادة مقاومته الميكانيكية لانتشار الشقوق. استخدام حلول الجسيمات النانوية لإبطاء انتشار الشقوق في الإيبوكسي ، أو حتى لوقفها.

الكلمات الرئيسية: وصلة أحادية اللفة ، المادة اللاصقة ، الجسيمات النانوية (SiO2) ، الإجهاد ، عامل شدة الإجهاد ، التكامل المتكامل ، السلوك المرن ، سلوك اللدائن المرنة ، طريقة العناصر المحدودة

Table des matières

Remerciement

Dédicace

Résumé

Abstract.

الملخص

Table des figures

Liste des tableaux

Introduction générale 1

Chapitre I : Généralité sur les nanocomposites

I. Introduction	4
II. Composite au nanocomposite	4
II.1. Composites à particules	5
II.2. Composites à fibres	5
III. Nanocomposites	6
III.1. Introduction	6
III.2. Constituants des nanocomposites	7
III.2.1. Matrice	7
III.2.2. Renfort	8
IV. Classification des nanocomposites	9
IV.1. Classification des nanocomposites suivant la nature de la matrice	9
IV.1.1. Nanocomposites à matrice céramique	9
IV.1.2. Nanocomposites à matrice métallique	10
IV.1.3. Nanocomposites à matrice polymère	10
IV.1.4. Nanocomposites à matrice organique	10
IV.1.2.1. Matrice thermoplastique	13
IV.1.2.2. Matrice thermodurcissable	16
IV.2. Classification des nanocomposites suivant la forme des nanocharges	20
IV.2.1. Nanocharges à une dimension nanométrique (feuilletés)	22
IV.2.1.1. Cas de la montmorillonite	22
IV.2.2.2. Cas de la cellulose	24
IV.2.2. Nanocharges à deux dimensions nanométriques (nanofibres)	25
IV.2.3. Nanocharges à trois dimensions nanométriques (nanoparticules)	25
V. Propriétés d'élaboration des nanocomposites à matrice polymère	26
V.1. Propriétés thermique	27
V.2. Propriétés barrière	27
V.3. Propriétés mécanique	27
VI. Propriétés d'élaboration des nanocomposites à matrice polymère	28
VI.1. Mise en œuvre dans l'état fondu	28

VI.2. Mise en solution	29
VI.3. Polymérisation in situ	29
VII. Exemple d'application des nanocomposites polymères	30
VII.1. Applications industrielles	30
VII.1.1. Optiques et optoélectriques	30
VII.1.2. Eléments de structures	31
VII.1.3. Réduction de l'inflammabilité	32
VII.1.4. Amélioration de la conductivité électrique.	32
VII.2. Applications médicales	32
VIII. Nanocomposites objets de notre étude	32
VIII.1. Matrice	33
A. Durcissement de la résine époxy	33
B. Comportement contrainte-déformation des époxydes	34
VIII.2. Renfort	34
VIII.2.1. Silice	35
A. Surface spécifique	36
B. Porosité	36
C. Taille des particules primaires	36
D. Viscosité	36
E. Dureté	36
VIII.2.2. Silice synthétique	37
A. Par voie sèche	37
B. Par voie humide	38
VIII.2.3. Préparation des nanocomposites	38
• Références bibliographiques	40

Chapitre II : Assemblages collés

I. Introduction	42
II. Le collage structural	42
II.1. Historique de la modélisation des joints collés	43
II.2. Normes	44
II.3. Différents types d'assemblages collés	45
II.4. Avantages du collage structural	45
III. Les familles principales des adhésifs structuraux	46
III.1. Les époxydes	46
III.1.1. Constituants	46
III.1.1.1. Charges minérales	48
III.1.1.2. Catalyseurs	48
III.1.1.3. Plastifiants	48
III.1.1.4. Antioxydants	48
III.1.2. Réticulation	48
III.1.3. Nouvelles perspectives associés au renforcement par des copolymères à base acryliques.	49
III.2. Polyuréthanes	50

III.3. Acryliques	51
III.4. Phénoliques	51
IV. Mécanismes d'adhésion	52
IV.1. Théorie mécanique	52
IV.2. Théorie de la diffusion (inter-moléculaire)	53
IV.3. Théorie électrique	53
IV.4. Théorie chimique	54
IV.5. Théorie rhéologique	54
IV.6. Théorie de l'adsorption thermodynamique	54
V. Traitement de surface avant le collage	58
V.1. L'importance du traitement	58
V.2. Cas des métaux	59
V.2.1. Aluminium	59
• Dégraissage	60
• Abrasion mécanique	61
• Traitements chimiques et électrochimique	62
V.2.2. Acier	63
VI. Adhésifs nanorenforcés	63
VI.1. Propriétés	64
VI.1.1. Propriétés mécaniques	64
VI.1.2. Propriétés électriques	65
VI.1.3. Propriétés thermiques et stabilités thermiques	65
VI.2. Adhésifs renforcés avec des nanoparticules inorganiques	66
VI.3. Adhésifs renforcés avec des nanotubes de carbone	68
VI.4. Adhésifs renforcés de nanofibres d'alumine	69
VI.5. Adhésifs renforcés de nanofibres de carbone	70
VII. Tests mécaniques usuels « essai d'adhérence »	71
VII.1. Essai de tôle à recouvrement en cisaillement	71
VII.2. Essai de tension	73
VII.3. Essai en clivage ou en pelage	74
• Références bibliographiques	76

Chapitre III : Généralité sur la mécanique de la rupture

I. Aperçu historique sur la rupture	78
II. Mécanique de la rupture	81
II.1. Mécanique linéaire et non linéaire de la rupture	81
II.2. Notions fondamentales de la mécanique de la rupture	82
II.2.1. Modes de rupture	83
II.2.2 Paramètres pour étudier la zone singulière	87
II.2.2.1. Facteur d'intensité de contrainte	88
A. Calcul des FIC's	89
A.1. Principe de superposition	89
A.2. Solution de Muskhelishvili	91

A.3. Analyse asymptotique de Westergaard	92
B. Analyse asymptotique	92
II.2.2.2. Taus de restitution d'énergie	95
II.2.2.3. Intégral J	98
II.3. Propagation des fissures	100
II.3.1. Loi de propagation de fissures	101
II.4. Bifurcation de fissures	103
II.4.1. Critères de bifurcation en milieu élastique linéaire	104
II.4.1.1. Critère de la contrainte circonférentielle maximale	104
II.4.1.2. Taux de restitution d'énergie	105
II.4.1.3. Critère de minimum de densité d'énergie de déformation	105
II.4.1.4. Critère C.T.O.D	106
II.4.2. Critère de bifurcation en milieu élastoplastique	107
II.5. Forme et taille de la zone plastique en pointe de fissure	108
II.5.1. Approche d'Irwin	108
II.5.2. Critère de Von Mises	110
II.5.3. Critère de Tresca	111
II.5.4. Approche de Dugdale	114
• Références bibliographiques	116

Chapitre IV : Modèles analytiques et numérique

I. Introduction	118
II. Modèle de l'assemblage collé	118
II.1. Approches analytiques	120
II.1.1. Analyses uniaxiales	121
II.1.2. Analyses biaxiales	121
II.2. Approche numérique	125
II.3. synthèses	125
II.3.1. Longueur de recouvrement	126
II.3.2. Rigidité des substrats	126
II.3.3. Rigidité de l'adhésif	127
II.3.4. Comportement mécanique des adhésifs..	127
III. Matériaux utilisés	127
III.1. Substrats	127
III.2. Adhésif	129
III.2.1. Matrice	129
III.2.1.1. Durcissement des résines d'époxy	130
III.2.1.2. Comportement de la résine d'époxy	130
III.2.2. Renfort	131
III.2.2.1. Charge utilisée	132
III.2.2.2. Préparation des nanocomposites	132
IV. Description du modèle de l'assemblage collé	132
IV.1. Géométrie	132

IV.2. Maillage	133
IV.3. Les conditions aux limites	133
V. Effet des nanoparticules sur le comportement de la résine époxy	134
VI. Analyse de l'intégral J dans l'assemblage fissuré avec un comportement élastoplastique	136
• Références bibliographiques	138

Chapitre V : Résultats et discussions

I.1. Effet des nanoparticules de silice sur les contraintes	140
I.2. Effet de la taille des nanoparticules de silice sur la contrainte équivalente	142
I.3. Effet du volume des nanoparticules de silice sur les déformations	143
I.4. Effet de la taille des nanoparticules de silice sur les déformations	144
II.1. Conditions aux limites	148
II.2. Effet des nanoparticules de silice sur la propagation des fissures	148
II.2.1. Comportement élastique de l'adhésif	149
a. Analyse des FIC's K_I et K_{II}	149
b. Analyse des valeurs maximales des FIC's K_I et K_{II} pour différentes longueurs de fissures	151
II.2.2. Comportement élastoplastique de l'adhésif	152
a. Analyse de l'intégral J	153
b. Analyse de l'intégral J pour différentes longueurs de fissures	154
III.1. Effet des nanoparticules sur la distribution des contraintes suivant de la fissure	157
III.1.1. Comportement élastique de l'adhésif	157
III.1.2. Comportement élastoplastique de l'adhésif	160
III.2. Effet de la taille de fissure sur la distribution des contraintes suivant la longueur de recouvrement ..	163
III.2.1. Comportement élastique de l'adhésif	163
III.2.2. Comportement élastoplastique de l'adhésif	166
IV.1. Effet des nanoparticules sur la distribution de contraintes en fonction de l'épaisseur de l'adhésif. . .	170
IV.1.1. Comportement élastique de l'adhésif	170
IV.1.2. Comportement élastoplastique de l'adhésif	173
IV.2. Effet de la taille des fissures sur la distribution des contraintes suivant l'épaisseur	176
IV.2.1. Comportement élastique de l'adhésif	176
IV.2.2. Comportement élastoplastique de l'adhésif	178
• Références bibliographiques	181
Conclusion générale	182

Table des figures

Chapitre I

Figure 1 :	Matériau composite	4
Figure 2 :	Courbes schématiques contrainte-déformation	8
Figure 3 :	Polymères à structure	11
Figure 4 :	Courbe classique d'un essai de traction simple	15
Figure 5 :	Structure chimique d'une résine polyépoxyde	17
Figure 6 :	Réaction de polyaddition avec un amorceur amine	18
Figure 7 :	Schématisation de la réticulation d'une résine époxy	18
Figure 8 :	Structure chimique d'une résine polyester	19
Figure 9 :	Structure chimique d'une résine Vinylester	19
Figure 10 :	Classification des nanocomposites selon la géométrie du renfort	21
Figure 11 :	Structure cristallographique la montmorillonite	23
Figure 12 :	Structure de la cellulose microcristalline	25
Figure 13 :	Nanoparticules de silice	26
Figure 14 :	Méthodes d'élaborations des nanocomposites polymères	28
Figure 15 :	Préparation in-situ des nanoparticules inorganiques	30
Figure 16 :	Quelques matériaux hybrides pour l'optique et l'optoélectronique	31
Figure 17 :	Applications commerciales de nanocomposites dans l'automobile	31
Figure 18 :	Synthèse de DGEBA par l'épichlorhydrine et le bisphénol A	33
Figure 19 :	Courbe contrainte-déformation typique pour un polymère ductile	35
Figure 20 :	Micrographies MET pour la distribution des particules de nanosilice dans le DGEBA	39

Chapitre II

Figure 1 :	Comparaison de méthodes d'assemblages structuraux	43
Figure 2 :	Représentation schématique d'un joint à simple et double recouvrement	45
Figure 3 :	Structure chimique du groupe époxyde	46
Figure 4 :	Structure chimique du TGDMA	47
Figure 5 :	Structure chimique des durcisseurs DDS et DDA	47

Figure 6 :	Réaction de polyaddition entre bouts de chaînes amine et époxydes	49
Figure 7 :	Images microscopiques de matériaux nanostructurés avec des Nanostrength . .	50
Figure 8 :	Synthèse des polyuréthanes	50
Figure 9 :	Synthèse des méthacrylates	51
Figure 10 :	Structure chimique globale d'une résine phénolique	51
Figure 11 :	Ancrage mécanique	53
Figure 12 :	Diffusion inter-moléculaire	53
Figure 13 :	Théorie électrique	54
Figure 14 :	Représentation schématique des interactions	55
Figure 15 :	Courbes de traction typique des principales failles d'adhésifs structuraux	56
Figure 16 :	Mouillabilité de l'adhésif sur des substrats	56
Figure 17 :	Évolution du durcissement d'un adhésif bi-composant à base d'époxy	58
Figure 18 :	Schématisation simplifiée de la relation entre la tension de surface et la mouillabilité d'un substrat	59
Figure 19 :	Couches d'interphases typiques en surface d'un substrat en aluminium	60
Figure 20 :	Conductivité électrique des nanocomposites en fonction du type et du contenu de la charge	66
Figure 21 :	(a) Effet de la teneur en additifs de nano-alumine sur la force d'adhérence, (b) micrographie MEB de nanoparticules d'alumine, (c) micrographie TEM de la surface époxy nanorenforcée	67
Figure 22 :	La force d'adhérence à l'arrachement des adhésifs époxy renforcés avec différentes nanoparticules inorganiques	68
Figure 23 :	Effet de la teneur en nanofibres d'alumine sur la ténacité à la rupture en mode I et en mode II des adhésifs co-durcis avec et liés à des préimprégnés de fibres de carbone / époxy haute performance	70
Figure 24 :	Modes de sollicitations mécaniques d'un joint structurel	71
Figure 25 :	Essais ASTM à recouvrement de tôles en cisaillement ; adaptée de la source	72
Figure 26 :	Effets de pelage causés par la rotation du joint SLS sous une charge en traction Tiré du livre de Habenicht	73
Figure 27 :	Essais ASTM à configuration en tension	74
Figure 28 :	Essais ASTM à diverses configurations en clivage	75
Figure 29 :	Essais ASTM à diverses configurations en pelage	75

Chapitre III

Figure 1 :	Fissure dans un milieu continu	84
Figure 2 :	Modes de sollicitations d'une fissure	84
Figure 3 :	Zone délimitant le voisinage d'une pointe de fissure	86
Figure 4 :	Détermination des axes (x, y) et des coordonnées (r, θ) au voisinage de l'extrémité d'une fissure	88
Figure 5 :	Application de la méthode de superposition	90
Figure 6 :	Champ des contraintes au voisinage de la fissure	93
Figure 7 :	Interprétation du taux de restitution d'énergie	97
Figure 8 :	Interprétation de l'intégrale J	98
Figure 9 :	Trois stades de propagation de fissure	100
Figure 10 :	Bifurcation de fissure	101
Figure 11 :	Correction de la zone plastique	105
Figure 12 :	Représentation géométrique du critère de Tresca et Von-Mises	109
Figure 13 :	Représentation géométrique du critère de Tresca et Von-Mises	111
Figure 14 :	Forme de la zone plastique selon les critères de Von Mises et Tresca	112
Figure 15 :	Forme de la zone plastique pour les modes II et III	115

Chapitre IV

Figure 1 :	Jonction à simple recouvrement (single-lap joint)	119
Figure 2 :	Géométrie et notation du joint collé en simple recouvrement	119
Figure 3 :	Répartition de la contrainte de cisaillement	120
Figure 4 :	Excentricité du chargement	122
Figure 5 :	Matériau dont le comportement est élastique parfaitement plastique	123
Figure 6 :	Courbe de traction de l'alliage d'aluminium 2024	128
Figure 7 :	Contrainte de traction par rapport à la contrainte pour un polymère ductile typique	131
Figure 8 :	Géométrie du modèle	132
Figure 9 :	Maillage de l'assemblage collé	133
Figure 10 :	Illustration des conditions aux limites et de chargement appliquées	133

Figure 11 : Le module de Young de nanosilice en fonction de la teneur en charge par rapport à différentes tailles de particules de nanosilice 136

Figure 12 : Contour d'évaluation de J 137

Chapitre V

Figure 1 : Variation des contraintes de Von Mises $\sigma_{Von Mises}$ 141

Figure 2 : Variation des contraintes de cisaillement σ_{xy} 142

Figure 3 : Variation des contraintes de pelage σ_{yy} 142

Figure 4 : Variation des contraintes équivalente en fonction de la taille des nanoparticules 143

Figure 5 : Variation de la déformation ε_{xx} 143

Figure 6 : Variation de la déformation ε_{xy} 144

Figure 7 : Variation de la déformation ε_{yy} 144

Figure 8 : Variation des déformations en fonction de la taille des nanoparticules 145

Figure 9 : Modèle géométrique en présence de la fissure latérale 147

Figure 10 : Modèle de l'assemblage collé 148

Figure 11 : Définition des modes de sollicitation 149

Figure 12 : Variation du FIC K_I suivant le front de la fissure (a), Variation de $K_{I_{max}}$ en fonction du volume des nanoparticules (b) 150

Figure 13 : Variation de K_{II} suivant le front de la fissure (a), Variation de $K_{I_{max}}$ en fonction du volume des nanoparticules (b) 151

Figure 14 : Variation du paramètre $K_{I_{max}}$ en fonction de la taille de la fissure 152

Figure 15 : Variation de $K_{II_{max}}$ en fonction de la taille de la fissure 152

Figure 16 : Variation de l'intégral J suivant le front de la fissure (a), Variation de J_{max} en fonction du volume des nanoparticules (b) 154

Figure 17 : Variation de l'Intégral J pour différentes longueurs de fissure avec un taux de 30% (a) Variation du paramètre J_{max} pour différentes longueurs de fissure en fonction du volume des nanoparticules (b) 155

Figure 18 : Distribution des contraintes de von Mises suivant la longueur de recouvrement du joint adhésif (a), les contraintes maximales de von Mises en fonction du volume des nanoparticules (b) 158

Figure 19 : Distribution des contraintes de cisaillement σ_{xy} dans le joint (a),

	contraintes maximales de $\sigma_{xy\max}$ en fonction du volume des nanoparticules (b)	159
Figure 20 :	Distribution des contraintes de pelage σ_{yy} suivant la longueur de recouvrement du joint adhésif (a), contraintes maximales $\sigma_{yy\max}$ en fonction du volume des nanoparticules (b)	160
Figure 21 :	Distribution des contraintes de von Mises suivant la longueur de recouvrement du joint d'adhésif (a), contraintes maximales de Von Mises en fonction du volume des nanoparticules (b)	161
Figure 22 :	Distribution des contraintes de cisaillement suivant la longueur de recouvrement (a), contraintes maximales de cisaillement en fonction du volume des nanoparticules (b)	162
Figure 23 :	Distribution des contraintes de pelage suivant la longueur de recouvrement du joint d'adhésif (a), contraintes maximales de pelage en fonction du volume des nanoparticules (b)	163
Figure 24 :	Distribution de la contrainte équivalente σ suivant la longueur de recouvrement pour les trois longueurs de fissure (a), contrainte équivalente maximale σ_{\max} (b)	164
Figure 25 :	Distribution de la contrainte de cisaillement σ_{xy} suivant la longueur du joint pour les trois longueurs de fissure (a), contrainte maximale de cisaillement $\sigma_{xy-\max}$ (b)	165
Figure 26 :	Distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} suivant la longueur du joint (a), la contrainte maximale de pelage σ_{yy} (b)	165
Figure 27 :	Distribution de la contrainte de Von Mises suivant la longueur de recouvrement pour différentes longueurs de fissure (a), contrainte maximale de Von Mises (b)	166
Figure 28 :	Distribution des contraintes de cisaillement suivant la longueur de recouvrement du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure (a), contrainte maximale de cisaillement (b)	167
Figure 29 :	Distribution des contraintes de pelage suivant la longueur de recouvrement pour différentes longueurs de fissure (a), contrainte maximale de pelage (b)	168
Figure 30 :	Ligne virtuelle suivant l'épaisseur de l'adhésif	170
Figure 31 :	Distribution de contrainte de von Mises $\sigma_{von\ mises}$ suivant l'épaisseur	

	du joint (a), variation de la contrainte maximale de von Mises $\sigma_{von\ Mises}$ (b)	171
Figure 32 :	Distribution de la contrainte de cisaillement σ_{xy} suivant l'épaisseur du joint (a), la contrainte maximale de cisaillement σ_{xy} (b)	172
Figure 33 :	Distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} suivant l'épaisseur du joint (a), la contrainte maximale de pelage σ_{yymax} (b)	173
Figure 34 :	Distribution de la contrainte de von Mises suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différents taux de nanoparticules (a), contrainte maximale de Von Mises (b)	174
Figure 35 :	Distribution des contraintes de cisaillement suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différents taux de nanoparticules (a), contrainte maximale de cisaillement (b)	175
Figure 36 :	Distribution des contraintes de pelage suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différents taux de nanoparticules (a), contrainte maximale de pelage (b)	176
Figure 37 :	Distribution de la contrainte de von Mises σ_e suivant l'épaisseur du joint pour les trois longueurs de la fissure (a), contrainte maximale de von Mises σ_{emax} (b)	177
Figure 38 :	Distribution de σ_{xy} suivant l'épaisseur du joint pour les trois longueurs de fissure (a), distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} suivant l'épaisseur du joint pour les trois longueurs de fissure (b)	178
Figure 39 :	Distribution de la contrainte de Von Mises suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure	179
Figure 40 :	Distribution de la contrainte de cisaillement suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure	180
Figure 41 :	Distribution de la contrainte de pelage suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure	180

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau 1	Avantages et inconvénients de l'ajout des nanoparticules aux polymères	6
Tableau 2	Principales différences entre les thermodurcissables et thermoplastiques	13
Tableau 3	Les polymères utilisés et leurs applications	14
Tableau 4	Caractéristiques qualitatives des résines	20
Tableau 5	Caractéristiques physiques des silices pyrogéniques	38

Chapitre IV

Tableau 1	Composition de l'alliage d'aluminium 2024 en % massique	128
Tableau 2	Propriétés de l'alliage d'aluminium 2024	128
Tableau 3	Caractéristique mécaniques de l'alliage d'aluminium 2024	128
Tableau 4	Propriétés typique du DER331	129
Tableau 5	Valeurs de module de Young de la résine époxy en fonction du volume et de la taille des nanoparticules de silice	135
Tableau 6	Paramètres des matériaux utilisés	136

Introduction générale

Introduction générale

La liaison de joints structuraux par adhésif est une technologie émergente pouvant se substituer aux méthodes traditionnelles d'assemblage telles que le soudage, le rivetage et le boulonnage. Par son utilisation, on peut contribuer à améliorer l'optimisation d'une structure sur de nombreux points et c'est pourquoi les industries de haute technologie l'utilisent depuis assez longtemps.

Le milieu aéronautique fut le premier, au début des années 50, à utiliser les joints par adhésifs structuraux de façon sérieuse, en collant des substrats métalliques. C'est d'ailleurs par son utilisation avec l'aluminium. Son introduction dans le domaine automobile a suivi deux décennies plus tard, dans le but de pouvoir alléger les structures de voitures exotiques. De nos jours, on compte près de 150 mètres linéaires de joint collé dans le châssis et dans la carrosserie de certaines voitures de production; même qu'on en trouve de plus en plus dans les voitures à faibles coûts. Il s'en va de même avec l'industrie ferroviaire, qui bénéficie de l'allègement de ses structures par l'utilisation de tôlerie et d'extrusions en aluminium, couplée avec celle des adhésifs. Chacun de ces grands secteurs a su développer ses propres méthodes d'assemblage et règles de conception, souvent très spécifiques à leurs types de marché et à leurs capacités manufacturières. Les critères de performance et de design guidant les efforts fournis en ingénierie d'un milieu ne s'appliquent pas nécessairement à un autre.

Le collage permet de répartir les contraintes uniformément à travers les pièces du joint. Même si dans la majorité des cas, l'adhésif en tant que tel possède une résistance moins élevée que les pièces à assembler (adhérents), il permet de supporter d'importantes charges en portance lorsqu'on transmet l'effort sur une surface suffisamment grande. La transmission de charge est alors mieux répartie et ainsi plus favorable pour les adhérents. Ceci offre donc plus de rigidité à l'assemblage et donne au concepteur la possibilité de joindre des tôles très minces. Cet aspect est particulièrement recherché dans l'optimisation et l'allègement de structures. Grâce à son adhérence chimique, le collage permet de joindre facilement des matériaux totalement dissemblables. Sa souplesse peut permettre d'absorber les déformations causées par les différents coefficients d'expansion thermiques présents dans un assemblage, en plus de mieux tolérer la fatigue et d'amortir les vibrations à haute fréquence. La capacité de pouvoir créer des « recettes » d'adhésif sur mesure donne également naissance à des nouvelles applications, telle que l'ajout d'additifs permettant d'absorber l'énergie d'impact, même à un haut niveau de déformations.

L'incorporation de nanocharges permet de modifier en permanence les propriétés de l'adhésif. Ces nanocharges doivent effectuer les tâches suivantes:

- Réduire le flux froid et le fluage sous charge,
- Augmenter la résistance et le module d'élasticité,
- augmenter la conductivité thermique et électrique.

Le développement de nanoparticules bon marché signifie que cette situation a maintenant changé. Des nanoparticules avec des structures de moins de 100 nanomètres peuvent être incorporées en quantités appropriées jusqu'à 30% en volume dans des adhésifs liquides sans changer considérablement la rhéologie.

C'est particulièrement le cas si les nanoparticules sont dispersées dans des liquides qui ne sont pas eux-mêmes des composants des adhésifs, par ex. acrylate, époxydes. Ici, les facteurs décisifs sont que les nanoparticules peuvent être facilement incorporées dans les adhésifs, doivent être disponibles en quantités suffisantes et les coûts doivent être acceptables par rapport aux avantages. Les particules fines et nanométriques de SiO_2 sont désormais de plus en plus incorporées dans les dispersions adhésives aqueuses.

le présent travail se propose de faire l'étude par la méthode des éléments finis tridimensionnelle de l'effet de l'ajout des nanoparticules de silice (SiO_2) dans l'adhésif de nature polymère époxy sur la distribution des contraintes de von Mises, de cisaillement et de pelage.

La thèse est structurée en quatre chapitres :

Les trois premiers chapitres ont pour objet l'étude bibliographique. Le chapitre I s'intéresse aux généralités sur les nanocomposites. Le second chapitre présente une démonstration sur les assemblages collés (normes, avantage du collage et différents types d'assemblage collés). Cette partie bibliographique est clôturée par un troisième chapitre qui s'orientera vers des généralités sur la mécanique de la rupture.

Le quatrième chapitre est consacré à une démonstration des modèles analytiques et numérique par la méthode des éléments finis tridimensionnelle, d'un adhésif en polymère renforcé par des nanoparticules de silice (SiO_2) qui assure la liaison d'un assemblage de deux plaques en aluminium. L'analyse porte sur l'influence de l'ajout des nanoparticules de silice avec différents taux de 0 à 30% sur la distribution des contraintes de : $\sigma_{\text{Von mises}}$, σ_{xy} et σ_{yy} dans le joint d'adhésif.

Le chapitre 5 est le dernier chapitre et il est consacré aux résultats trouvés après la simulation de notre modèle d'assemblage, et divisé en quatre parties :

- La première partie est a pour objet de déterminer l'effet des nanoparticules de SiO_2 sur la distribution des contraintes et des déformations dans le joint adhésif.
- La deuxième partie est une étude du comportement des fissures dans notre assemblage.
- La troisième partie sera consacrée à voir l'effet des nanoparticules de silice sur la distribution des contraintes suivant la longueur de recouvrement du joint adhésif fissuré.
- et la quatrième partie est réservé à analyser l'effet des nanoparticules de silice sur la distribution des contraintes suivant l'épaisseur du joint a été décrit.

I. Introduction

Les nanocomposites sont des matériaux qui se caractérisent par le fait qu'au moins une dimension de la phase renforçante est de l'ordre du nanomètre. Ces matériaux présentent des propriétés améliorées relativement au polymère de base (matrice). La structure nanométrique de ces composites leur confère des propriétés mécanique, thermique, optique et physico-chimiques supérieures aux bas taux de renfort relativement au polymère matriciel, d'une part, et aux matériaux composites micrométriques conventionnels d'autre part.

II. Composite au nanocomposite

Tout matériau hétérogène pourrait être qualifié de matériau composite. Néanmoins, on donne généralement une définition plus restrictive. Un composite est un matériau constitué de deux phases (ou plus) non miscibles ayant des propriétés et des rôles différents. L'une, continue, est appelée matrice et l'autre, discontinue, appelée renfort (**Figure 1**). Les composants doivent être physiquement identifiés : il doit exister une interface distincte entre eux. Ce mélange possède des propriétés nouvelles et on recherche en les associant un ensemble de performances supérieures aux composants pris séparément. Le renfort assure souvent la tenue mécanique et la matrice, la cohésion et le transfert des efforts vers le renfort. Les matériaux de renfort confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté... Ils permettent également de modifier certaines propriétés physiques comme le comportement thermique, la résistance à l'abrasion ou les propriétés électriques [1].

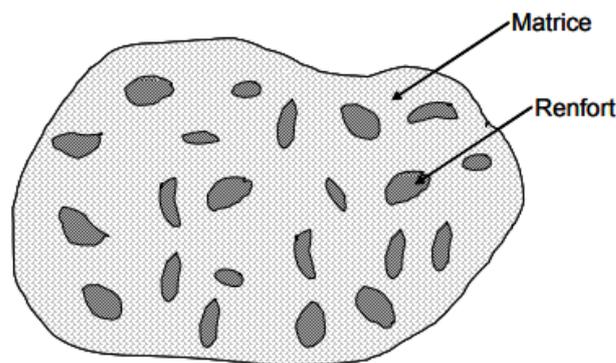


Figure 1 : Matériau composite.

Les propriétés des matériaux composites dépendent de trois facteurs :

- De la nature et des propriétés des matériaux constituants,
- De la géométrie et de la distribution du renfort,

- Des interactions entre constituants et de la nature de l'interface matrice-renfort.

Le renfort sera caractérisé par sa forme, sa taille, sa concentration et son orientation. La concentration en renfort est définie par la fraction volumique ou massique. Il s'agit d'un paramètre déterminant des propriétés du composite. Sa distribution dans le volume l'est aussi car de nombreuses propriétés en dépendent comme le montre par exemple, la théorie de la percolation. Si elle est uniforme, les mesures ne dépendront pas du point de mesure. Selon la géométrie et l'orientation du renfort, il est possible de contrôler l'anisotropie des caractéristiques souhaitées du composite. Suivant la forme et la nature des constituants il est possible de classer les matériaux composites. En effet, en fonction de la forme nous trouvons deux grandes classes : les composites à particules et à fibres [1].

II. 1. Composites à particules

Un matériau composite est dit à particules quand son renfort se trouve sous forme de particules ne possédant pas de dimension privilégiée. Elles sont généralement utilisées pour améliorer des caractéristiques telles que la rigidité de la matrice, la résistance à l'abrasion ou la tenue en température. Elles sont aussi souvent employées pour diminuer le coût du matériau [1].

II. 2. Composites à fibres

Un composite est dit à fibres quand son renfort est sous forme de fibres, c'est à dire qu'il possède une direction privilégiée. L'arrangement des fibres, leur orientation définissent les propriétés souhaitées et peuvent rendre le matériau fortement anisotrope ou fortement isotrope dans un plan. C'est le renfort le plus fréquent. Il en existe différents types :

- Fibres minérales (verre, carbone, carbure de silicium) ;
- Fibres métalliques (bore, aluminium) ;
- Fibres organiques (Kevlar, polyamides)

Les renforts de fibres se présentent sous différentes formes commerciales :

- Formes linéiques (fils, mèches, ...);
- Formes surfaciques (tissus simples, ...);
- Formes multidirectionnelles (tresses, tissus complexes).

III. Nanocomposites

III.1. Définition

Les matériaux composites sont formés d'une matrice contenant des inhomogénéités (de l'ordre du micron) qui sont beaucoup plus grandes que les atomes mais suffisamment petites pour que ces matériaux soient homogènes à l'échelle macroscopique. Parmi les matériaux composites on peut citer des composites naturels tels que le bois (fibres de cellulose dans une matrice de lignine) mais aussi synthétique tels que la gomme d'un pneumatique qui outre la résine élastomère contient également du noir de carbone ou de la silice. Les nanocomposites sont également composés d'une matrice contenant des charges. La différence par rapport aux matériaux composites classiques provient du fait que les charges possèdent au moins une dimension de l'ordre du nanomètre. Ces nanocharges peuvent être monodimensionnelles (e.g. NTC), bidimensionnelles (e.g. argiles en feuillets) ou encore tridimensionnelles (e.g. nanosphères) [2].

Les nanocomposites présentent plusieurs intérêts par rapport aux composites classiques. Un premier intérêt réside dans la surface interfaciale entre les nanocharges et la matrice. Pour un poids donné, les nanoparticules présentent une surface d'échange beaucoup plus importante que les particules de taille microscopique. Les NC ont donc de meilleures propriétés comparativement aux composites classiques, comme par exemple une meilleure répartition des contraintes à l'intérieur de la matrice. Bien que l'ajout de charges microscopiques dans une matrice permette d'améliorer quelques propriétés, cela se fait au détriment d'autres propriétés. Les nanocomposites présentent souvent des propriétés similaires aux composites classiques mais pour des teneurs en charges jusque 20 fois inférieures, limitant ainsi par la même occasion la dégradation des propriétés provoquée par l'ajout de charges macroscopiques. [2]

Propriétés améliorées	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Propriétés mécaniques (ténacité, rigidité) • Barrière aux gaz • Retardateurs de flammes • Expansion thermique • Conductivité thermique • Résistance chimique • Renforcement 	<ul style="list-style-type: none"> • Augmentation de la viscosité (processabilité) • Difficultés de dispersion • Sédimentation • Coloration noire lorsque des particules de carbone sont utilisées

Tableau 1 : Avantages et inconvénients de l'ajout des nanoparticules aux polymères [2].

III. 2. Constituants des nanocomposites

Les composites sont par définition des matériaux constitués d'au moins deux phases : l'une continue appelée matrice qui assure la cohésion et le transfert des contraintes vers l'autre phase : le renfort appelé ainsi car sa présence permet, en général, d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté,...) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température (conservation des caractéristiques mécaniques à haute température) ou les propriétés électriques. Outre ces propriétés élevées qu'ils procurent, les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre [3].

III. 2. 1. Matrice

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou polymère. A partir de la nature de la matrice les matériaux composites sont classés en trois catégories [4] :

- Les composites à matrice polymère ou organique (CMO).
- Les composites à matrice métallique.
- Les composites à matrice céramique.

Pour les composites que nous allons étudier (CMO) les propriétés mécaniques de la matrice sont généralement très faibles devant celles des renforts (cas plus rare), et la performance générale du composite (matrice/renfort) est très dépendante du choix de la matrice (Figure 2). En effet, dans le cas où la déformation à la rupture de la matrice est inférieure à celle des fibres, pour une sollicitation en déplacement imposé, la matrice ne permet pas de bénéficier totalement du renfort des fibres. D'autre part pour une tenue à long terme (fatigue, fluage), le rôle de la matrice devient alors très important [4].

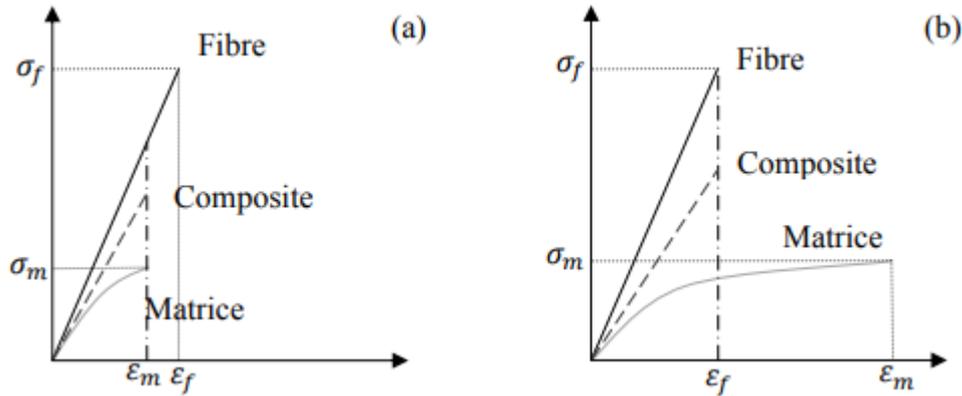


Figure 2 : Courbes schématisées contrainte-déformation des différents constituants d'un composite unidirectionnel sollicité longitudinalement : (a) $\epsilon_f > \epsilon_m$ - (b) $\epsilon_f < \epsilon_m$ [55].

III. 2. 2. Renfort

Les charges sont utilisées pour modifier une ou plusieurs propriétés de la matrice à laquelle on les ajoute (conductivité électrique, perméabilité au gaz, ...) alors que les renforts sous forme de fibres contribuent le plus souvent à n'améliorer que la résistance mécanique et la rigidité. On trouve principalement [5] :

- La silice,
- Les nanoparticules de silicate comme les phyllosilicates (par exemple l'argile),
- Les microfibrilles et whiskers de cellulose,
- Les nanoparticules de carbone (fibres, tubes, lamelles...).

La silice est la charge qui a été étudiée la première à l'échelle submicronique mais ce sont les nanocomposites à base de montmorillonite qui devraient être le plus amenés à se développer prochainement en raison d'un bon bilan technico-économique (on pourrait supposer un prix pour un nanocomposite polyoléfine chargé de montmorillonite à 15 €/kg). Les charges métalliques semblent être, à l'heure actuelle, trop difficiles à élaborer à l'échelle submicronique pour pouvoir les envisager comme renforts de nanocomposites. D'autres charges, et notamment des argiles synthétiques comme les fluorohectorites, les nanotubes de carbone ou les whiskers de cellulose, sont encore actuellement en cours de pré-développement. On n'utilise généralement que 10% à 15% de charges en masse pour des raisons de coûts mais surtout parce que, dans le cas des argiles notamment, la viscosité augmente de manière très importante avec le taux de charges [5].

IV. Classification des nanocomposites

IV.1. Classification des nanocomposites suivant la nature de la matrice

Le rôle de la matrice polymère est de recevoir les renforts, répartir les contraintes, apporter la tenue de la structure et donner la forme désirée au nanocomposite. On peut utiliser des polymères thermoplastiques ou des polymères thermodurcissables. Les matrices thermoplastiques ont de faibles propriétés mécaniques ; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle. Les matrices les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le poly (acétate de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles ou les sacs, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets ou des vitres. Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible, Ce sont les matrices les plus utilisées dans la production de matériaux composites. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [2].

IV.1. 1. Nanocomposites à matrice céramique :

Les matériaux céramiques et les composites à matrice céramique sont généralement fragiles. La fabrication de ces matériaux se fait par frittage de différents oxydes et matériaux inorganiques ce qui consiste en un « compactage » de ces différents composants sous haute pression et quelques fois à hautes températures [6]. Les propriétés de ces matériaux dépendant fortement de leur structure, il s'est avéré que les céramiques composées de nanograins sont ductiles, les joints entre ces derniers bloquant plus efficacement la propagation des fissures [7].

Depuis une vingtaine d'années, de nouvelles routes de synthèse ont permis l'obtention d'oxydes nanocristallins et de poudres non oxydées de très hautes puretés. Néanmoins, le passage de nanopoudres à celui d'un matériau céramique nanostructuré est très difficile, l'agglomération des poudres augmentant avec la diminution de la taille des particules. Le frittage, nécessitant des hautes pressions et dans certains cas des hautes températures, est généralement accompagné par une rapide croissance des grains rendant difficile le maintien

d'une nanostructure tout en augmentant la densité. Comme dans le cas de certains matériaux métalliques, une solution consiste à ajouter des additifs ayant pour but de diminuer la croissance des grains. Parmi les nano-composites à matrice céramique, on peut citer les renforts de nanoparticules de SiC dans une matrice Al_2O_3 [6].

IV.1. 2. Nanocomposites à matrice métallique

Dans certains procédés de fabrication s'inspirent de la métallurgie des poudres. Les particules de seconde phase peuvent être des oxydes, borures, carbures, nitrures. Les composites à matrice métallique encore appelés MMCs (MetalMatrix Composites) sont développés grâce à la facilité et à la maîtrise des procédés de fabrication ainsi qu'à leur faible coût. Ils peuvent être utilisés jusqu'à 600°C.

IV.1. 3. Nanocomposites à matrice polymère

Pour améliorer les propriétés des matériaux composites, les scientifiques ont eu recours à des composites contenant des faibles charges avec des tailles de grains plus petites, conduisant au développement de microcomposites et la tendance récente dans la recherche sur les composites est dominée par les nanocomposites. Les nanocomposites sont des composites dans lesquels une phase possède une morphologie nanométrique comme les nanoparticules, les nanotubes ou la nanostructure lamellaire [8].

L'amélioration des propriétés par l'addition de particules peut être obtenue par une bonne interaction entre les nanoparticules et la matrice et une bonne dispersion des nanoparticules dans la matrice. Dans les nanocomposites, les liaisons covalentes, les liaisons ioniques, les forces de Vander Waals, la liaison hydrogène peuvent exister entre la matrice et les composants de la charge [8].

IV.1. 4. Nanocomposites à matrice organique

Un monomère est une molécule composée principalement de carbone et d'hydrogène. Le terme macromolécule, désignant de grandes molécules, est souvent utilisé pour désigner un enchaînement de monomères. Ainsi, un polymère peut être défini comme un enchaînement d'unités structurales répétitives, l'unité de répétition dans le polymère étant le monomère. Les polymères réticulés sont obtenus à partir de prépolymères linéaires ou ramifiés de faible poids moléculaire (Figure 3). Ils sont réticulés sous l'effet de la chaleur en présence de catalyseur.

Leur structure est tridimensionnelle et dans ce cas, la mobilité des molécules est limitée d'où des résines quasi infusibles et insolubles. Cette structure est caractéristique des polymères thermodurcissables [4].

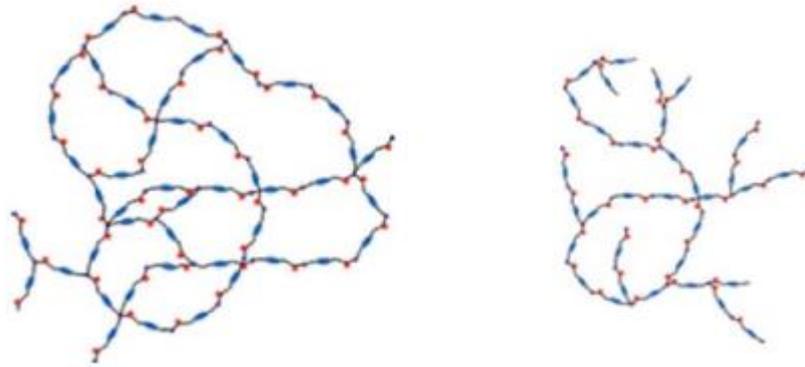


Figure 3 : Polymères à structure : (a) réticulée – (b) ramifiée [4].

La polymérisation désigne une réaction chimique, en fonction du temps et de la température, conduisant à la solidification de la résine de manière irréversible (valable uniquement pour les thermodurcissables). La taille de la macromolécule d'un polymère est caractérisée soit par sa masse moléculaire, soit par son degré de polymérisation (nombre de molécules de monomère formant la macromolécule).

De nombreuses propriétés de polymères dépendent de ces caractéristiques et notamment la rigidité moléculaire qui traduit le mouvement de certaines liaisons ou groupements d'atomes. Ainsi, la structure moléculaire peut favoriser ou restreindre la libre rotation des segments de molécule, modifiant les propriétés mécaniques, en particulier la rigidité. Comme pour les matériaux métalliques, les polymères ne sont pas utilisables à l'état pur. Pour les rendre utilisables comme matériaux industriels, certains additifs sont rajoutés aux polymères et le semi-produit obtenu est appelé plastique.

Dans le domaine des composites à matrice organique, on considère généralement deux grandes catégories de polymères : les thermoplastiques (TP) et les thermodurcissables (TD) [4].

La plupart des composites à matrice organique sont fabriqués à partir de résines thermodurcissables sous toutes leurs formes, mais la forme liquide a été souvent choisie car elle favorise l'imprégnation des fibres à la température ambiante.

On peut probablement expliquer de cette façon le choix initial de matières thermodurcissables plutôt que celui des matières thermoplastiques. Celles-ci possèdent pourtant les caractéristiques mécaniques nécessaires pour constituer des matrices intéressantes pour les composites, comme le montrent les études et les développements industriels actuels [CHA].

Aussi, il est important de bien situer les différences fondamentales de ces deux types de matrices afin de bien appréhender le comportement mécanique spécifique de chaque type de composite (Tableau 2). La distinction principale entre TP et TD réside dans la façon dont le polymère se construit à partir du monomère.

L'assemblage ou l'enchaînement des monomères détermine pratiquement toutes les propriétés mécaniques et physiques du plastique résultant ainsi que les procédés de mise en forme (combinaison chauffage/pression) en produit industriel :

- **Les thermodurcissables** présentent une structure tridimensionnelle. La polymérisation induit un pontage des macromolécules et cette structure se solidifie de façon définitive lors du chauffage selon la forme souhaitée. Pour le matériau obtenu après mise en œuvre, les liaisons entre macromolécules sont des liaisons chimiques fortes : cette transformation est irréversible.

- **Les thermoplastiques** présentent une structure linéaire (ou légèrement ramifiée) enchevêtrée qui ne résulte pas d'une polymérisation. Lors de la mise en forme par chauffage, les macromolécules se replient puis se bloquent au cours d'un refroidissement d'où une solidification. Pour le matériau obtenu après mise en œuvre, les liaisons entre macromolécules sont des liaisons physiques faibles de type Van Der Waals : cette transformation est réversible.

Matrices	Thermodurcissables	Thermoplastiques
Etat de base	Liquide visqueux à polymériser	Solide prêt à l'emploi
Stockage	Réduit	Illimité
Mouillabilité de renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage + refroidissement
Cycle	Long (polymérisation)	Court
Tenue au choc	Limitée	Assez bonne
Tenue thermique	Bonne	Réduite (sauf nouveau TP)
Chute et déchets	Perdus ou utilisés en charges	Recyclables
Conditions de travail	Emanations de solvant	Propreté

Tableau 2 : Principales différences entre les thermodurcissables (TD) et thermoplastiques (TP).

Les résines TD sont les plus employées pour la mise en œuvre des matériaux composites. Cependant, l'amélioration des caractéristiques des résines TP à haute température (résines TP hautes performances) tend à généraliser leur utilisation dans les structures composites.

A. Matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques, pour la majorité, sont peu coûteux et facilement mis en forme. Ces caractéristiques les rendent très intéressants dans le milieu industriel. A la différence des thermodurcissables, les thermoplastiques sont plus facilement recyclables par broyage et réformables en les chauffant, avec peu d'altération des propriétés du polymère [6]. De manière générale, parmi les autres avantages des matériaux polymères, on peut compter sur leur légèreté et leur résistance à la corrosion. Les thermoplastiques sont des polymères linéaires, plus ou moins ramifiés, non réticulés. Le Tableau 3 répertorie les principaux thermoplastiques utilisés et quelques exemples de leurs domaines d'application [9].

Polymères	Symboles	Utilisation
Polyéthylène	PE	Emballages, vêtements jetable
Acrylonitrile butadiène styrène	ABS	Jouets, enjoliveurs de voiture
Polypropylène	PP	Câbles, gazon artificiel, pare-chocs ...
Polystyrène	PS	Emballages, gobelets, ...
Polyméthacrylate de méthyle	PMA	Fenêtres d'avion, feux arrière de voiture

Tableau 3 : Les polymères utilisés et leurs applications [9].

Les composites à matrice thermoplastiques doivent faire face en service à des sollicitations de nature diverses (chimique, physique, mécanique) imposées par leur environnement. La réponse des matériaux à ces agressions, ou autrement dit les propriétés de ces matériaux, dépend essentiellement de leur nature, de leur architecture macromoléculaire comme détaillé dans la suite de cette partie [9].

- **Propriétés physico-chimiques**

La nature chimique des atomes présents dans les polymères et la structure macromoléculaire déterminent leurs propriétés.

De manière générale, la composition chimique et la structure d'une chaîne macromoléculaire va induire des propriétés intrinsèques telles qu'une énergie de surface induisant un caractère hydrophile/hydrophobe/oléophobe ou autre, des énergies de liaison entre les atomes présents expliquant la résistance thermique globale du matériau ou de la même manière la résistance à l'oxydation en fonction des groupements fonctionnels présents.

La composition chimique pourra également permettre de prédire la résistance aux solvants. Prenons pour exemple, le polytétrafluoroéthylène (couramment appelé Téflon®), les atomes de fluor présents lui procurent des propriétés d'anti-adhérence et de résistance à la chaleur, d'où son utilisation dans les ustensiles de cuisine [9].

L'organisation structurale ou la longueur des chaînes macromoléculaires au sein d'un matériau polymère est très importante et impacte fortement ses propriétés finales. Par exemple, dans le cas d'une structure amorphe (PMMA, PS, PE...), les macromolécules sont flexibles et disposées de façon aléatoire mais homogène. Cette organisation est à l'origine de la transparence de ce type de matériau. La structure du polymère influence la température de transition vitreuse (Tg), propriété physique dépendante également de la nature chimique de la

chaîne macromoléculaire considérée. Ce paramètre est la température pour laquelle le polymère passe de l'état vitreux (amorphe) à l'état caoutchoutique (le polymère commence à s'écouler). C'est cette T_g qui déterminera la température de travail pour sa mise en œuvre/forme [9].

- **Propriétés mécaniques**

Les propriétés mécaniques permettent de décrire le comportement du matériau répondant à des sollicitations extérieures. Ces propriétés mécaniques peuvent être déterminées à l'état fondu (rhéologie par exemple) ou solide. Pour les essais à l'état solide, les plus classiques sont ceux de traction, de compression et de flexion. Les résultats dépendront principalement de la structure du polymère (enchevêtrement des chaînes, cristallinité du polymère...).

Pour leur simplicité de mise en œuvre et d'interprétation, les essais en traction simple sont les plus couramment utilisés dans la littérature. La Figure 4, représente un comportement classique d'un matériau ductile au cours d'un essai de traction (contrainte en fonction de la déformation du matériau). Pour cet essai, trois zones peuvent être différenciées sur la courbe. Si le matériau casse dans la zone 1, il sera considéré comme fragile. Le matériau sera ductile, s'il peut subir des déformations plastiques importantes avant rupture. Il est aussi important de noter que le comportement des thermoplastiques, au cours d'un essai de traction, est très dépendant de la vitesse de sollicitation appliquée.

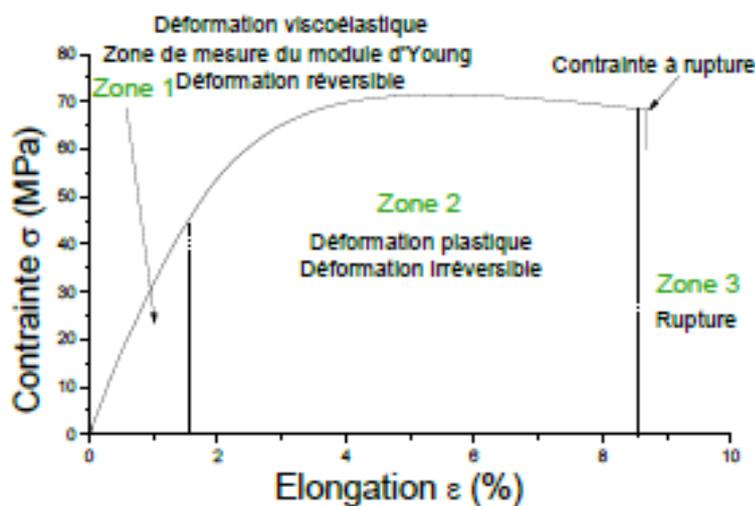


Figure 4 : Courbe classique d'un essai de traction simple [9].

La rigidité des renforts ne fait que la majorité de la déformation du composite est supportée par la matrice. Localement la matrice atteint des niveaux de déformation bien supérieurs à celui imposé macroscopiquement et donc la déformation à la rupture diminue avec l'ajout des renforts.

Quand la déformation à la rupture augmente par rapport au polymère vierge c'est qu'il y a des mécanismes de rupture et des dissipations qui permettent de protéger la matrice (particle pull and crack pinning). L'ajout de renforts peut alors permettre une certaine ductilité à la matrice et limiter la propagation de fissures.

Les comportements mécaniques intrinsèques des matériaux thermoplastiques n'étant pas suffisants pour envisager leur utilisation dans l'industrie, en remplacement de pièces métalliques, les composites ont été développés comme cela a été présenté précédemment. L'évolution des recherches a ensuite conduit à l'émergence des nanocomposites[7].[9]

B. Matrices thermodurcissables

Après polymérisation, ces résines donnent une structure qui ne peut être détruite que par un apport très important d'énergie thermique. De ce fait, les résines thermodurcissables jouissent de propriétés mécaniques et thermomécaniques plus élevées que les résines thermoplastiques. Ainsi les résines thermodurcissables sont les plus utilisées dans l'élaboration des matériaux composites [10].

D'après la norme IUPAC « *Definitions of terms relating to reactions of polymers and to functional polymeric materials* », un polymère thermodurcissable est un composé polymère à l'état solide ou visqueux qui, après réticulation, se transforme irréversiblement en un réseau polymère réticulé insoluble et infusible. Ces composés sont constitués d'un ensemble de macromolécules disposées dans les trois directions et formant un réseau tridimensionnel. Plus ce réseau est dense, plus il est rigide.

Dans le cadre du moulage d'un matériau composite, les résines thermodurcissables sont utilisées à l'état visqueux dans le but de mieux imprégner les fibres. Lors de la mise en œuvre de la résine, la réaction de réticulation s'initie grâce à la présence d'un catalyseur (généralement un peroxyde organique) et, certaines fois, d'un accélérateur (sels métalliques servant d'initiateurs à la réaction de décomposition du peroxyde, actifs en dessous de la température normale de décomposition) qui, sous l'action de la chaleur et de la pression, transformeront irréversiblement la résine en solide infusible [11].

Ce sont principalement :

- les résines polyesters instaurés (polyester condensés, vinylesters, ...)
- les résines de condensation (phénoliques, aminoplastes, furaniques, ...)
- les résines époxydes (polyépoxydes)
- les résines polyuréthanes.

➤ **Polyépoxydes**

Un polyépoxyde, plus communément appelé une « résine époxy », est un composé comprenant plus d'un groupement époxyde par molécule en moyenne (**Figure 5**). Si plusieurs types de résines époxy existent, la plus répandue est à base de bisphénol A (A pour acétone) et d'épichlorhydrine [11].



Figure 5 : Structure chimique d'une résine polyépoxyde [11].

La grande réactivité de la résine lui permet de réagir avec de nombreux types de durcisseurs pour amorcer la réticulation : par exemple, les groupements époxydes réagiront avec des durcisseurs contenant des amines (les plus courants) ou encore les groupements hydroxyles, présents au milieu du motif de répétition, réagiront avec les anhydrides d'acides. La réaction de polyaddition qui a lieu (par exemple avec une amine comme le montre la réaction (Figure ci-dessous) n'induit aucune perte d'eau ou d'un autre corps et amorcera une réticulation entre deux sites époxydes pour chaque groupement amine, expliquant le réseau 3D dense caractéristique de cette résine (Figure 6) [11].

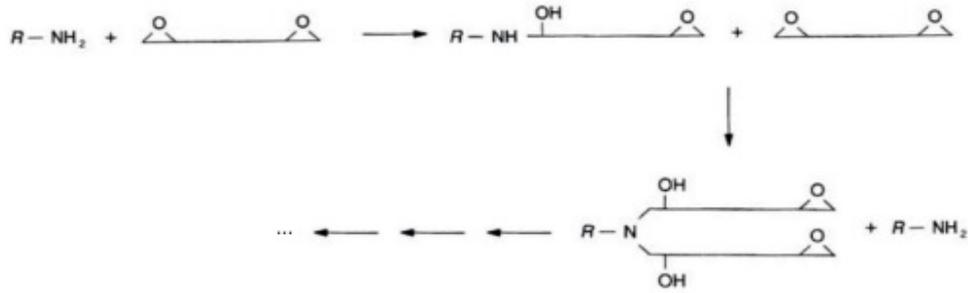


Figure 6 : Réaction de polyaddition avec un amorceur amine [11].

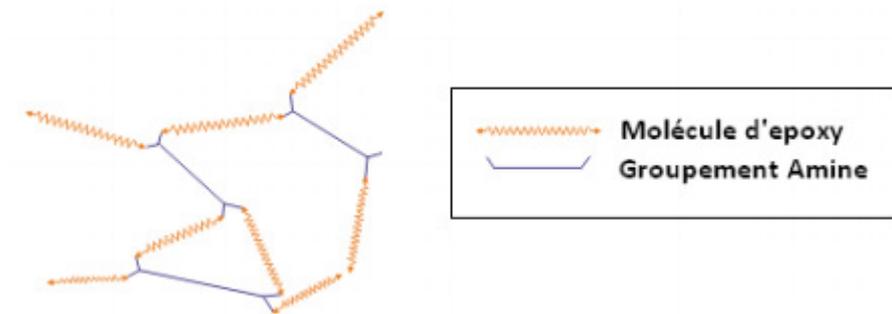


Figure 7 : Schématisation de la réticulation d'une résine époxy [11]

Ce réseau dense dans toutes les directions explique la grande dureté du matériau. Les résines époxy sont très utilisées en génie civil grâce à leurs bonnes résistances chimique et thermique, mais surtout pour leurs propriétés mécaniques excellentes, dues à la forte concentration de groupements réactifs et à la réticulation qu'ils induisent. Ces polymères sont utilisés dans de très nombreuses applications, notamment en génie civil où les époxy sont les matrices les plus utilisées dans les barres d'armatures en PRF [11].

➤ Polyester

Une résine polyester est un polymère composé d'une ou plusieurs fonctions ester dans le motif de répétition (Figure 8).



Figure 8 : Structure chimique d'une résine polyester

La présence de nombreuses fonctions ester n'est pas favorable contre les attaques chimiques : en effet, c'est généralement le site préférentiel d'une dégradation chimique. Les propriétés mécaniques de cette résine sont bien moins élevées que celles observées avec les polyépoxydes car les chaînes sont moins réticulées et le réseau moins dense en trois dimensions. Cependant, son coût, nettement plus faible, permet une utilisation de ce type de matériau pour des applications qui n'ont pas la nécessité de composites hautes performances ni de contact avec un milieu extérieur [11].

➤ Vinylester

Les polyvinylesters, dit « vinylesters », sont obtenus par addition d'un acide carboxylique à une résine époxyde, puis par dissolution dans un solvant réactif, généralement le styrène (Figure 9).

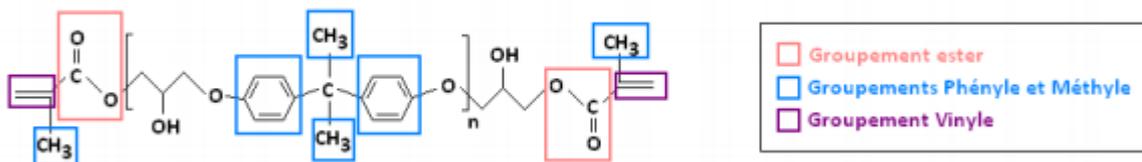


Figure 9 : Structure chimique d'une résine Vinylester [11].

Résines	Avantages	Inconvénients
Polyesters	Bon accrochage sur fibre de verre	Inflammabilité (sauf résine chloré)
	Translucidité	Tenue vapeur et eau bouillante (pour orthophtalique)
	Assez bonne tenue chimique	Retrait important (6 à 15%)
	Mise en œuvre facile (basse pression)	Durée de conservation en pot limitée
	Tenue en température (>150°C)	Emission de styrène
	Prix réduit	
Phénoliques	Bonne tenue au feu, sans fumée (très utilisée en ferroviaire)	Fragile
		Sensibilité à l'humidité
		Difficile à colorer
		Mise en œuvre
Epoxydes	Tenue mécanique, thermique, chimique et fatigue	Prix élevé
	Faible retrait (1 à 2%)	Sensibilité à l'humidité et aux UV
	Excellence adhérence sur fibre	Vieillessement sous température
	Mise en œuvre facile, sans solvant	Temps de polymérisation (cuisson > à polyester)
Polyuréthanes	Facilité de moulage in situ	Résistance mécanique réduite
	Tenue chimique	Combustibilité
	Vieillessement	Coloration en masse difficile : foncée (mais peinture PU facile)

Tableau 5 : Caractéristiques qualitatives des résines [12].

IV.2. Classification des nanocomposites suivant la forme des nanocharges

Le type de renfort nanométrique utilisé définira le type de nanocomposite. Un grand nombre de renforts peut être utilisé dans les nanocomposites, suivant plusieurs familles.

On retrouve en premier lieu des renforts en trois dimensions, sous forme de sphère comme les billes de silice amorphe qui, bien mélangées à une résine, augmentent significativement les propriétés mécanique du composite. Ensuite, les renforts de type deux

dimensions sont très utilisés. Les plus connus étant les nanotubes de carbones et les whiskers cristallins, en carbure de silicium ou cellulose. On les nomme « 2D » car seules deux des trois directions sont à l'échelle nanométrique, la dernière étant généralement plus grande. Les exceptionnelles propriétés mécaniques de ces composés augmentent considérablement les propriétés du matériau et en font des renforts très étudiés ces dernières années [11].

La dernière famille de nanorenforts est nanométrique sur une dimension, sous forme de feuillets dont l'épaisseur est d'une dizaine de nanomètre, comme les nanoargiles, le graphène ou certains alliages synthétisés de façon spécifique. Historiquement ce sont les premiers renforts utilisés dans les nanocomposites, notamment avec les argiles. Aujourd'hui, les travaux sont encore très importants sur cette famille de nanocomposites.

En effet, si le mélange de n'importe quel type de renfort est très important pour l'impact qu'il aura sur les propriétés du matériau, le mélange des plaquettes est indispensable. L'objectif est que chaque feuillet composant le renfort, comme l'argile ou le graphène, soit exfolié puis dispersé aléatoirement dans la matrice. Les différentes propriétés des nanocomposites multiplient les applications possibles.

En effet, l'augmentation des propriétés mécaniques, de la résistance au feu mais aussi des propriétés barrières en font des matériaux de choix pour des applications spécifiques en génie civil. Ainsi, afin d'améliorer les propriétés barrières pour limiter la diffusion au sein du matériau, la solution la plus adaptée est un renfort de charge « 1D » [11].

Le classement des nanocomposites se fait en général selon le facteur de forme de la charge incorporée. Les nanocharges doivent avoir une de leurs dimensions morphologiques inférieures à 100 nm. On trouve les trois classifications qui sont possible [13].

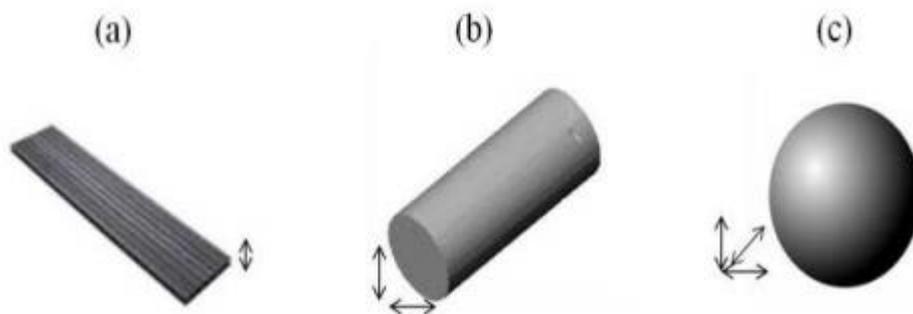


Figure 10 : Classification des nanocomposites selon la géométrie du renfort [13]

IV.2.1. Nanocharges à une dimension nanométrique (feuillet)

Ce sont des nanoparticules qui présentent des couches d'épaisseur de l'ordre du nanomètre, les autres dimensions allant d'une dizaine à une centaine de nanomètres. Leur géométrie s'apparente à un feuillet. Cette famille de nanoparticules est issue de matériaux naturellement composés de feuillets. Parmi ce type de matériaux on peut trouver par exemple les nanofeuillets issue [13] :

- Des oxydes de carbone ou du graphite.
- Des oxydes métalliques.
- Des smectites et silicates à feuillets : argiles naturelles comme la montmorillonite.
- De l'argile synthétique.

Les renfort du type plaquettaire ont été à l'origine du développement des nanocomposites et sont actuellement un des systèmes le plus étudié. Les argiles sont peut-être un des renforts le plus connus et le plus utilisé.

Ceci s'explique pour deux raisons : son abondance naturelle et son facteur de forme très élevé (parmi les plus élevés dans la famille des silicates) ce qui lui confère une grande surface spécifique.

La structure des argiles lamellaires est formée de couches superposées. Chaque couche est constituée de deux feuillets de silice chargés négativement et d'un gap entre celles-ci appelé galeries qui contient des cations inorganiques pour équilibrer les charges et maintenir les couches de silices ensemble.

Pour que ces structures soient utilisées pour des nanocomposites, il faut séparer les différentes couches. Les propriétés obtenues par l'incorporation de ces nanoparticules dépendent du type d'argile, du choix du prétraitement de celle-ci, du polymère qui la reçoit et de la méthode utilisée pour incorporer les nanofeuillets d'argile dans le polymère [14].

A. Cas de la Montmorillonite

La Montmorillonite est une argile à teneur faible en aluminium, sodium, fer et magnésium. Elle fait partie de la famille des smectites et se présente sous forme de feuillets empilés et liés par des forces électrostatiques. Cette argile est naturellement hydrophile, empêchant sa bonne dispersion dans de nombreuses matrices polymères. Afin de palier à ce

problème, l'argile doit subir un traitement chimique avant d'être utilisée comme nano-charge : l'argile naturelle doit être modifiée en organo-argile afin d'augmenter la compatibilité argile/matrice polymère. L'échange d'ions est une méthode de modification de la surface des feuillets permettant d'y parvenir.

Les forces liant les feuillets les uns avec les autres étant relativement faibles, l'intercalation de petites molécules entre les feuillets est facile. Ce procédé permet d'améliorer la compatibilité entre les feuillets de la Montmorillonite et une matrice polymère et favorise ainsi la dispersion des feuillets au sein de cette matrice.

La structure cristallographique de la Montmorillonite a été établie en 1933 par Hofmann et al. Est améliorée ensuite par Marshall et Hendricks [15]. La structure de base des smectites est celle de la pyrophyllite dont la formule est $[Si_4Al_2O_{10}(OH)_2]$ [14].

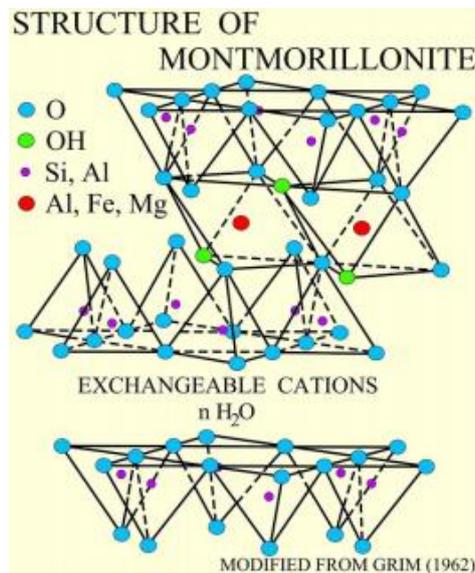


Figure 11 : Structure cristallographique la montmorillonite [14].

La présence des ions substituables confère une capacité échangeuse cationique (C.E.C) à ces matériaux. La structure cristallographique induit une épaisseur des feuillets constante d'environ 0,95nm, cependant sachant que les feuillets sont superposés parallèlement, on définit une distance de répétition d001 correspondant à l'épaisseur d'un feuillet accompagné de l'espace inter foliaire (appelé aussi espace basal).

Cette distance d001 dépend de la nature du cation compensateur, du taux d'hydratation ou du traitement organique que l'argile peut avoir subi. Les smectites peuvent aussi être distinguées selon la morphologie de leurs feuillets.

On rencontre principalement dans la littérature : la montmorillonite qui se présente sous forme de plaquettes anisotropes souples ayant une taille pouvant varier de 100 nm à 0,5 mm. Un élément essentiel ayant encouragé l'utilisation de ces renforts est la considérable surface spécifique développée comprise entre 750 et 800 m²/g.

La présence d'ions compensateurs entre les feuillets des smectites peut aussi leur conférer la possibilité de « gonfler » en milieu aqueux. On distingue le gonflement cristallin correspondant à la formation d'une monocouche de molécules d'eau se complexant avec les cations, conduisant à une augmentation de l'espace basal de 10 à 20 Å . Ceci a pour effet de diminuer les forces électrostatiques attractives entre les feuillets.

Le gonflement des smectites est favorisé par la présence de cations plutôt petits et faiblement chargés. L'espace basal peut s'accroître au delà de 100 Å, grâce au gonflement osmotique, qui apparaît si l'énergie d'hydratation est supérieure aux forces électrostatiques attractives de Van der Waals. Cela débute par une présence d'eau libre qui s'accroît entre les feuillets et conduit à l'obtention de suspensions [14].

B. Cas de la cellulose

La cellulose se présente sous la forme de microfibrilles cristallines présentant des propriétés physiques axiales proches de celles du cristal parfait. Des suspensions aqueuses de nanocristaux peuvent être préparées par hydrolyse acide du substrat.

Les nanocristaux résultants se présentent sous forme de particules en bâtonnets ou whiskers, dont les dimensions dépendent de la nature du substrat (longueur typique de l'ordre de 100 nm et diamètre entre 5 et 20 nm). Ils peuvent être utilisés pour préparer des nanocomposites à matrice polymère. La formation d'un réseau rigide, résultant d'interactions fortes entre whiskers, est gouvernée par un mécanisme de percolation.

Ce réseau obtenu par liaisons hydrogène conduit à un effet de renfort exceptionnel et à la stabilisation thermique du composite. Hormis des applications pratiques, l'étude de ces matériaux nanocomposites peut aider à la compréhension de certaines propriétés physiques comme les phénomènes de percolation géométrique et mécanique [14].

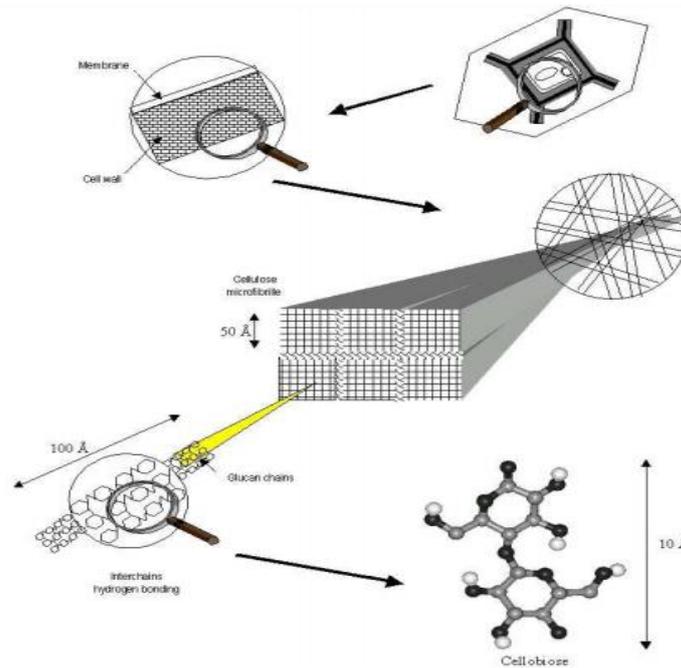


Figure 12: Structure de la cellulose microcristalline [14].

IV.2.2. Nanocharges à deux dimensions nanométriques (nanofibres)

Sont des particules ayant deux dimensions de l'ordre du nanomètre. La troisième est beaucoup plus grande. Il existe des fibres creuses, les plus connues étant les nanotubes de carbone qui possèdent en particulier des propriétés mécaniques et électriques exceptionnelles. Ils peuvent être introduits dans une grande variété de matrices polymères (polyamide PA, polyester PE, polycarbonate PC....).

La dispersion des nanotubes dans le polymère est essentielle pour obtenir les propriétés désirées. L'ajout de ces derniers dans la matrice peut augmenter la viscosité du polymère mais l'effet est moins prononcé que celui observé avec des fibres conventionnelles [14].

IV.2.3. Nanocharges à trois dimensions nanométriques (nanoparticules)

Ce sont des renforts ou des charges qui possèdent trois dimensions nanométriques. Elles sont alors iso-dimensionnelles telles que le sont les billes de silice nanométriques.

Cette catégorie regroupe : - les agrégats d'atomes. - les nanoparticules métalliques, amorphes ou cristallines : or, platine, argent, fer, etc... - les fullerènes : variété allotropique sphérique ou pseudo-sphérique du carbone. - les nanoparticules isométriques dérivées d'oxyde, de sulfure, de sélénure, de carbure etc. L'incorporation de ce type de nanoparticule n'a pas pour vocation le renforcement mécanique.

L'effet recherché se situe plutôt dans l'amélioration des propriétés particulières telles que l'optique, la conductivité, les propriétés magnétiques, etc [14].

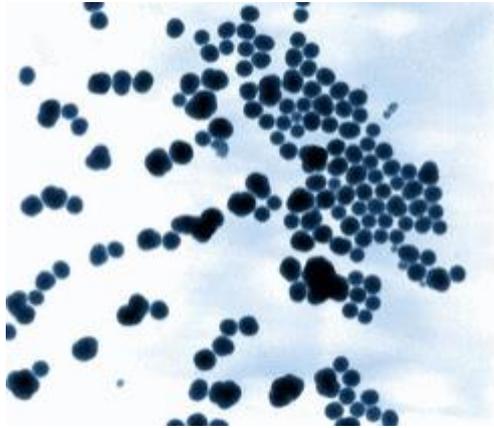


Figure 13 : Nanoparticules de silice [14].

V. Propriétés des nanocomposites à matrice polymère

Les nanocharges présentent l'intérêt de conférer une grande surface d'échange avec la matrice pouvant atteindre une valeur de $700 \text{ m}^2/\text{g}$ lorsque la dispersion est optimale. Par conséquent, différentes améliorations du comportement physique des polymères peuvent être alors attendues et ceci pour de faibles taux de charges (quelques %).

Tout d'abord, la dimension nanométrique des renforts étant inférieure à la longueur d'onde de la lumière visible, la transparence du polymère est maintenue si la dispersion des particules à l'échelle unitaire est obtenue [5].

L'amélioration des propriétés mécaniques des polymères après introduction des nanocharges ont été mentionnés par de nombreux travaux. Le couplage entre la très importante surface offerte par les nanocharges et la matrice polymère facilite le transfert de contrainte jusqu'à la phase renforçante, et permet des améliorations des propriétés de traction et de dureté. De plus, une diminution du seuil de percolation est également observée avec l'augmentation du facteur de forme des particules.

A titre d'exemple, les whiskers de cellulose dont le facteur de forme peut atteindre 100 présentent un seuil de percolation à 1% (v/v) [5].

Une augmentation de la tenue thermique des nanocomposites est également constatée grâce à la diminution de la mobilité des chaînes des polymères en interaction avec la surface des nanocharges. La température de déformation sous charge peut être considérablement

augmentée et par conséquent les températures d'utilisation du nanocomposite sont considérablement accrues. Ainsi, L'usage du nanocomposite est tout à fait approprié pour les pièces soumises aux températures auxquelles les polymères ordinaires se ramollissent et perdent toutes leurs propriétés mécaniques. Les nanocharges peuvent également jouer le rôle de barrière à la diffusion de gaz [5].

En effet, la dispersion des nanocharges à l'échelle unitaire augmente la tortuosité du chemin de diffusion des molécules de gaz ou de solvant. Par exemple, dans le cas d'un nanocomposite polyamide / argile, l'addition de seulement 2 % d'argile diminue de moitié le coefficient de perméabilité à la vapeur d'eau. La même évolution de la perméabilité à l'hélium et à l'oxygène est observée. De la même façon, la perméabilité du poly(ϵ caprolactame) a été réduite en introduisant 4.8% en volume de silicate [5].

V. 1. Propriétés thermiques

Les principales améliorations recherchées par l'incorporation de charges inorganiques, telles que les argiles ou les oxydes, à des polymères sont la stabilité thermiques et la tenue au feu. La stabilité thermique est généralement évaluée par analyse thermo gravimétrique (ATG) sous atmosphère inerte ou oxydante. De manière générale, la température de dégradation des polymères est augmentée après l'incorporation de silicates lamellaires exfoliée, ce qui valorise ces polymères et permet leur utilisation à de plus hautes températures [15].

V. 2. Propriétés barrière

L'incorporation de charges inorganiques aux polymères est apparue prometteuse en matière de propriétés barrières aux gaz et aux fluides. Les premières études montrant l'intérêt de réaliser des nanocomposites afin d'augmenter les propriétés barrières ont été réalisées par Yano et al. L'introduction de quelque pourcent en poids de nanocharges lamellaires dans une matrice polyamide a diminué fortement la perméabilité à l'oxygène, à l'hydrogène et la vapeur d'eau [15].

V. 3. Propriétés mécaniques

Les nanocomposites ont montré un intérêt particulier dans l'amélioration des propriétés mécaniques face aux composites traditionnels. Le principal avantage est l'obtention de résultats comparables pour des concentrations plus faibles permettant de diminuer considérablement le poids total. On observe principalement en présence de charges

lamellaires une augmentation du module d'Young et de la limite élastique. Les travaux montrent qu'il est préférable d'avoir un système exfolié, ce qui permet d'avoir une plus grande interface et d'optimiser l'effet du facteur de forme. L'adhésion interfaciale semble être aussi un élément essentiel à prendre en compte.

General Motors Corporation a utilisé ces résultats pour fabriquer des marches pieds en 2002 et des baguettes de protections TPO sur la Chevrolet Impala (modèle 2004), ces baguettes sont plus légères de 7%, présentent un meilleur état de surface et sont facilement recyclables grâce au faible taux de particules [16].

VI. Procédés d'élaboration des nanocomposites à matrice polymère

Les méthodes d'élaboration des nanocomposites polymères sont toutes basées sur une première étape de dispersion des nanoparticules dans un liquide, elles diffèrent toutefois par le type de phase organique et par le traitement à effectuer ensuite : traitement thermique, élimination du solvant éventuel. La Figure illustre les différentes voies possibles pour élaborer des nanocomposites polymères[22].[17]

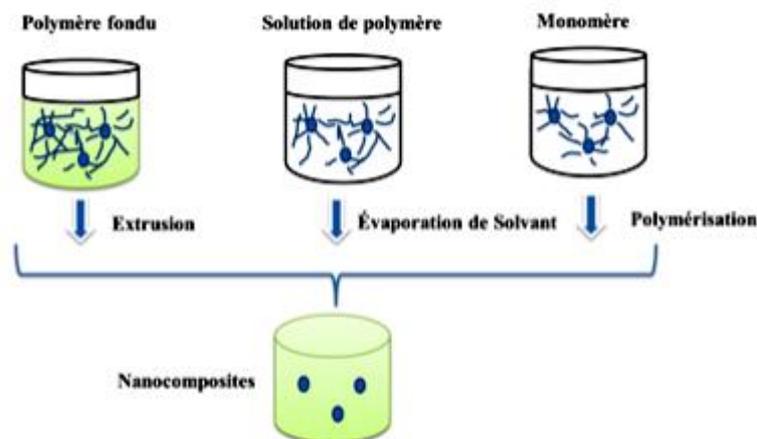


Figure 14 : Méthodes d'élaborations des nanocomposites polymères

a) mise en œuvre dans le fondu, b) mise en solution, c) polymérisation in situ [17].

VI.1. Mise en œuvre dans l'état fondu

Une des techniques classiques pour préparer des composites polymères consiste à disperser des particules dans un polymère, généralement un thermoplastique, à l'état fondu.

La dispersion des particules est améliorée si elles sont fonctionnalisées par des molécules organiques dont la nature chimique est compatible avec celle du polymère.

Cette méthode est largement utilisée pour intégrer des nanoparticules d'argiles dans des polyoléfines par exemple. Des groupements fonctionnels cationiques tels que les sels d'ammonium sont utilisés pour modifier la surface des particules et produire ainsi des organo-argiles afin d'obtenir une dispersion homogène dans la matrice [17].

VI. 2. Mise en solution

Cette méthode consiste à disperser des nanoparticules dans une solution polymère à l'aide d'un solvant adéquat, puis à évaporer ce solvant pour former des films ou des feuilles nanocomposites.

La solubilité du polymère et la dispersibilité des nanoparticules dans le solvant sont cruciales pour obtenir un matériau homogène. Par exemple, l'équipe de Joseph Lik Hang Chaua utilisé cette méthode en 2007 pour préparer des films nanocomposites transparents avec un indice de réfraction élevé. Ces films peuvent être utilisés dans les composants optiques [17].

VI. 3. Polymérisation in Situ

Cette méthode consiste à disperser des nanoparticules dans des solutions adaptées de monomères puis à effectuer une polymérisation classique afin d'obtenir des nanocomposites. L'équipe de S. Kaskel par exemple a employé cette voie en 2005 pour préparer des nanocomposites transparents à base de SiO₂/PMMA.

Cette équipe a d'abord préparé des micelles inverses à base d'eau, de tensioactif (AOT) et de monomère (MMA) puis elle a réalisé la préparation des nanoparticules de silice à l'intérieur des micelles par sol-gel. Elle a ensuite rajouté un initiateur pour effectuer la polymérisation [17].



Figure 15 : Préparation in-situ des nanoparticules inorganiques dans des micelles inverses pour l'élaboration de nanocomposites polymères [17].

VII. Exemples d'application des nanocomposites polymères

Aujourd'hui, les matériaux nanocomposites sont utilisés dans des domaines très variés :

VII. 1. Applications industrielles

VII. 1. 1. Optique et optoélectroniques

Le Fraunhofer Institut a développé des matériaux polymères hybrides, les ORMOCERS (ORGanicallyMODifiedCERamicS), à base de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) et de polycarbonate (PC) qui permettent d'obtenir facilement des réseaux de lentilles de diffraction ou de réfraction.

D'autres ORMOCERS hybrides sont aussi sur le marché de la microélectronique en tant que diélectriques, isolants, agents de scellement ou de moulage. Leur très bonne qualité optique permet de réaliser des guides d'ondes sur substrats souples dans des dispositifs optoélectroniques comprenant des transmetteurs et récepteurs pour les télécommunications, des commutateurs thermo-optiques et des coupleurs (Figure 16) [5].

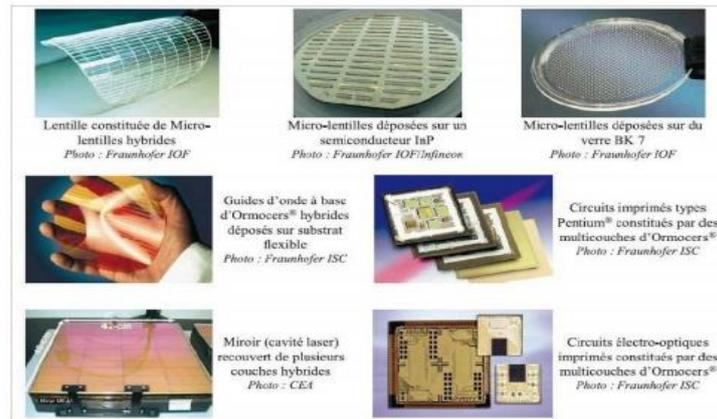


Figure 16 : Quelques matériaux hybrides pour l'optique et l'optoélectronique [5].

Des études faites par CEA ont aussi permis de développer des revêtements multicouches anti réflecteurs hybrides pour cavité de miroir laser (Figure précédente). Ces revêtements polymère-oxyde de métaux de transition sont prometteurs. Ils présentent de bonnes propriétés de réflexion et un seuil d'endommagement à très haut flux laser [5].

VII.1.2. Eléments de structure

La première application commerciale de nanocomposites dans l'automobile a été introduite par General Motors dans des marches-pieds pour les modèles 2002 des vans GMC Safari et Chevrolet Astro puis dans des baguettes de protection latérale pour les modèles 2004 des Chevrolet Impala (Figure 17).

Les nanocomposites utilisés sont à base d'argile et d'oléfine thermoplastique. Ces matériaux sont à la fois plus légers et plus rigides, moins fragiles à basse température et plus facilement recyclables [5].



Figure 17 : Deux des premières applications commerciales de nanocomposites dans l'automobile : à gauche, les marches-pieds de mini vans Chevrolet et GMC et à droite, des baguettes de protection latérale [5].

VII.1.3. Réduction de l'inflammabilité

L'introduction de nanoargiles (généralement 2 à 5% en poids) dans une matrice polymère retarde aussi sa dégradation par le feu et permet simultanément la formation d'une couche superficielle carbonisée.

Cette dernière, à la différence du composite classique, ne se fracture pas lors de la combustion mais croît et aboutit à une nanostructure multicouche de silicate qui augmente les propriétés de barrière et la résistance au feu grâce à un résidu charbonneux.

Elle joue le rôle d'un excellent isolant, ralentit et diminue la libération de produits volatils issus de la combustion du polymère. Les entreprises Gitto et Nanocor ont développé un programme commun pour élaborer des nanocomposites ignifuges à base de nanoparticules d'argile et de polyoléfines qui offrent une large gamme d'applications industrielles [5].

VII.1.3. Amélioration de la conductivité électrique

L'intégration de très faibles quantités de nanotubes de carbone ($\leq 0,1$ % en poids) dans une matrice polymère peut améliorer de plusieurs ordres de grandeur la conductivité électrique de la matrice tout en conservant ses propriétés intrinsèques telles que la transparence, une faible viscosité ainsi que ses propriétés mécaniques. Une grande variété d'applications utilise des composites à base de nanotubes de carbone comme la dissipation électrostatique, la peinture électrostatique et le blindage contre les interférences électromagnétiques (EMI) [5].

VII. 2. Applications médicales

Les bio-nanocomposites à matrices polymères sont aussi en pleine expansion et nous n'en donnerons qu'un bref aperçu ici. Ces matériaux peuvent être constitués à partir d'une grande variété de biopolymères (polysaccharides, polyesters aliphatiques, polypeptides, protéines, acide polynucléique...) et de charges minérales telles que les couches de silicates (minéraux argileux), d'hydroxyapatite (HAP), de silice et d'autres oxydes métalliques. Les biopolymères sont des composés biocompatibles et biodégradables.

Les matériaux biodégradables sont des matériaux qui se dégradent principalement par hydrolyse ou par des réactions métaboliques. Par conséquent, les bio-nanocomposites à matrices polymères représentent un intérêt pour les technologies biomédicales telles que l'ingénierie des tissus, des os artificiels ou la thérapie génique.

Actuellement en plein développement, les recherches sur les bio-nanocomposites concernent également la transplantation cellulaire (organes artificiels pour le traitement du diabète), les tests diagnostiques (immobilisation d'anti-gènes pour tests immunologiques) et l'imagerie du petit animal [5]

VIII. Nanocomposite objet de notre étude

VIII. 1. Matrice

L'époxy ou scientifiquement nommé polyépoxyde est un thermodurcissable qui se trouve pratiquement dans tous les domaines, de l'aérospatial à la nautique, sur terre ferme et aussi dans la peinture et l'électronique. La résine d'époxy possède des propriétés favorables notamment d'excellentes propriétés chimiques, l'humidité, la corrosion et la résistance à la chaleur, ainsi que favorable thermique, adhésif et électrique.

Cette résine époxy est à la base d'éther diglycidyle dérivés du bisphénol A (DGEBA). Le DGEBA est le produit de la réaction de l'épichlorhydrine et du bisphénol A comme indiqué dans la figure suivante [18].

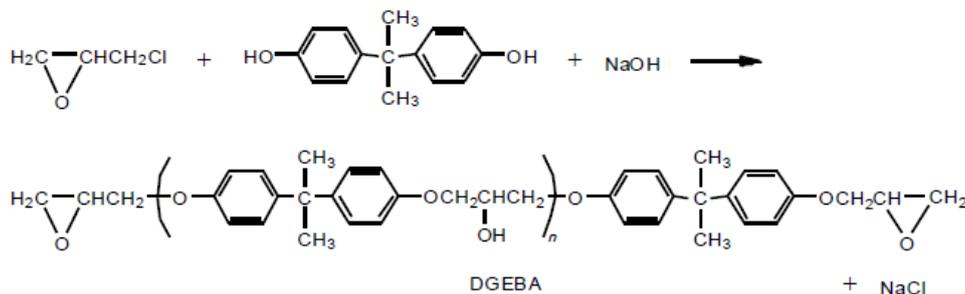


Figure 18 : Synthèse de DGEBA par l'épichlorhydrine et le bisphénol A [18].

La forme monomère pure de DGEBA est un solide cristallin avec une fusion point de 43°C et un poids équivalent d'époxyde (EEW) de 170 g/eq. Les résines DGEBA commerciales les plus courantes sont liquides visqueux avec des viscosités de 11000 à 16000 mPa-s à 25°C et un EEW de 182 à 192.

Ces résines contiennent une petite quantité de dimères pour inhiber la cristallisation. Les caractéristiques de performances exceptionnelles du DGEBA proviennent du groupe bisphénol A qui fournit la ténacité et la rigidité, les liaisons éther qui confèrent une résistance chimique et les groupes hydroxyle et époxyde qui fournissent des propriétés adhésives et une réactivité avec une large gamme d'agents de durcissement chimiques [18].

Les résines DGEBA sont disponibles dans le commerce avec des poids moléculaires de plusieurs centaines de g/mole à des dizaines de milliers de g/mole.

A. Durcissement de la résine époxy

Les résines époxy sont converties en réseaux thermodurcissables tridimensionnels lorsqu'elles sont durcies avec des réticulants ou des durcisseurs. Le degré de réticulation peut être contrôlé par la structure chimique des agents de durcissement et les conditions de durcissement. Il existe de nombreux types d'agents de durcissement, notamment les amines, les amides, les anhydrides, les acides carboxyliques et les imidazoles [18].

B. Comportement contrainte-déformation des époxydes

Le comportement contrainte-déformation pour une résine thermodurcissable ductile comme un époxy légèrement réticulé est similaire au comportement contrainte-déformation d'un polymère thermoplastique ductile. La figure 19, montre une contrainte de traction tracée en fonction de la déformation pour un polymère ductile typique.

Initialement, la contrainte est linéairement proportionnelle à la déformation jusqu'à ce qu'elle atteigne le point limite. Aux premiers stades de la déformation, la plupart des époxydes semblent être pseudo-élastiques et le module d'Young peut être obtenu à partir de la pente initiale. Lorsque la déformation augmente, la pente diminue et atteint souvent zéro lorsque la contrainte atteint un maximum local.

Ce point maximum est classiquement connu sous le nom de point limite ou contrainte limite. En pratique, la limite élastique est considérée comme le début d'une déformation plastique. La contrainte diminue progressivement au-delà du point limite, un phénomène connu sous le nom de ramollissement des contraintes (qui est important pour la formation de bandes de cisaillement).

La ténacité peut être évaluée par l'aire sous la courbe contrainte-déformation qui est le travail dépensé pour déformer le matériau. La plupart des polymères ductiles présentent une grande déformation plastique et plus l'époxy est ductile, plus la zone de déformation plastique est grande [18].

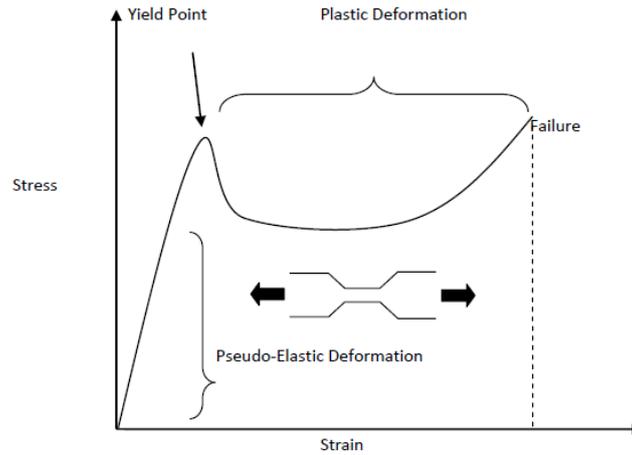


Figure 19 : Courbe contrainte-déformation typique pour un polymère ductile [18].

VIII. 2. Renfort (*les nanoparticules de silice*)

Les particules de nano-SiO₂ (3M Corporation) d'une taille moyenne de particules de 170 nm, 74 nm et 23 nm ont été modifiées en surface par un procédé sol-gel pour empêcher l'agglomération et pour maintenir une distribution granulométrique étroite. Les particules de nanosilice ont été fournies sous forme de concentrés prémélangés dans une résine époxy DGEBA. La pipéridine (Sigma-Aldrich®) a été utilisée comme agent de durcissement [18].

VIII.2.1. Silice

La silice ou dioxyde de silicium est le composé chimique de formule SiO₂. C'est un minéral très abondant dans l'écorce terrestre (55% en masse). La majorité de la silice naturelle est cristalline. On la trouve sous formes variées comme par exemple le quartz (dans le sable, le grès, le granit, les roches magmatiques...), la trydimite ou la cristobalite, mais elle peut aussi être synthétique.

La silice est constituée d'un réseau tridimensionnel d'atomes de silicium dans un environnement tétraédrique liés entre eux par des ponts de type siloxane (Si-O-Si) avec en surface des groupements hydroxyle appelés silanols SiOH. Selon ses méthodes de synthèse, elle peut se présenter sous des formes très variées (comme les fibres, les sols, les gels, les particules) qui permettent l'accès à un grand nombre d'applications.

On la retrouve en tant que matériaux de structure pour améliorer les propriétés mécaniques, en tant que support de catalyseurs, comme agent de séparation en chromatographie ou encore comme matériau fonctionnalisé lorsque les silanols de surface réagissent avec une molécule donnée, en particulier pour des applications biologiques [19].

Ce sont ses propriétés physiques qui justifient l'ampleur des domaines d'application. Parmi les propriétés remarquables citons la densité et :

A. Surface spécifique

Pour les diverses formes de silice, la surface spécifique varie de 25 à 1000 m².g⁻¹. La détermination de la surface spécifique est basée sur la méthode Brunauer-Emmet-Teller(BET) [19].

B. Porosité

Ce facteur est important pour la réactivité de la silice. En effet, plus la porosité est élevée et la distribution homogène, plus les silanols des pores sont accessibles, augmentant ainsi le nombre total de silanols de surface. Selon la taille des pores, la silice peut être microporeuse (diamètre inférieur à 2 nm), méso poreuse (diamètre compris entre 2 et 50 nm) ou macroporeuse (diamètre supérieur à 50 nm) [19].

C. Taille des particules primaires

Selon les types de silice, les tailles varient de quelques nanomètres à 500 nm. Ces particules primaires peuvent aussi s'agglomérer entre elles de façon à donner des agrégats dont les tailles sont comprises entre 1 et 40 µm. On obtient alors des supports présentant des formes variées [19].

C. Viscosité

Lorsque la viscosité d'un fluide augmente, sa capacité à s'écouler diminue. L'introduction de particules colloïdales dans un liquide permet d'augmenter sa viscosité. Par exemple, la silice est mélangée à la peinture ainsi qu'à certains produits pharmaceutiques ou cosmétiques [19].

D. Dureté

La dureté qualifie la capacité d'un matériau à résister à la déformation. La grande dureté et les propriétés abrasives des gels de silice et des poudres justifient leur intérêt en tant qu'agent renforçant. En effet, la capacité à résister à l'abrasion, à la rayure ou à la déformation permet d'augmenter les applications, notamment dans le domaine de la mécanique.

La surface spécifique et la porosité sont à prendre en compte pour de larges applications telles que la chromatographie faisant appel aux propriétés d'adsorption, alors que la dureté et la viscosité sont mises en valeur pour des applications où les propriétés mécaniques sont importantes.

Du point de vue chimique, la silice présente une haute température de fusion (supérieure à 1500°C) et une réactivité oxydo réductrice nulle ce qui en fait un matériau très stable. Son potentiel à charge nulle égal à deux s'explique par la présence de silanols à la surface.

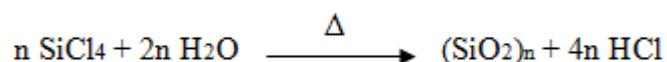
Ces groupements justifient les propriétés d'ionisation et d'hydrophilie de la silice. Ce sont les sites réactifs permettant la fonctionnalisation chimique par des composés organiques ou inorganiques [19].

VIII.2.2. Silice synthétique

En faisant varier différents paramètres comme la température ou la pression, on peut synthétiser des silices aux propriétés très différentes et donc destinées à des applications très variées. Plusieurs auteurs comme D. Barby en 1976 ou E.F. Vansant en 1995 ont classé les différents types de silice qui sont obtenus par deux modes de synthèse : la voie sèche et la voie humide [19].

A. Par voie sèche

Les *silices pyrogéniques* sont obtenues par des procédés à haute température nécessitant une flamme, un arc ou un plasma. Il s'agit en fait de faire réagir SiCl₄ pour obtenir SiO₂.



Cette méthode conduit soit aux *aérosils*, soit aux *silices arc* ou encore aux *silices plasma* qui présentent des structures non poreuses et dont la surface spécifique est faible. Les caractéristiques physiques des silices pyrogéniques sont réunies dans le **tableau 6** [19].

	<i>Silice arc</i>	<i>Silice plasma</i>
Surface spécifique (m ² .g ⁻¹)	25 à 300	50 à 600
Taille des particules primaires (nm)	5 à 500	5 à 50
Taille de l'agglomérat (µm)	2 à 15	-
densité	2,2	2,2
Volume (cm ³ .100g ⁻¹)	500 à 1000	1000 à 2000
Diamètre moyen des pores	Non poreuse	Non poreuse

Tableau 6 : Caractéristiques physiques des silices pyrogéniques [19].

Ces silices permettent l'encapsulation de composants électroniques ou le renforcement des élastomères de silicone.

B. Par voie humide

Le procédé sol-gel permet essentiellement de préparer des oxydes polymères tels que la silice. Un sol est défini comme une suspension de nature colloïdale dans un solvant alors qu'un gel est défini comme un réseau solide emprisonnant le solvant.

Au niveau du sol, les éléments inorganiques participent au réseau colloïdal. Cette distribution homogène des éléments inorganiques est maintenue lors de la transition sol-gel. La calcination, conduit à l'oxyde solide désiré. Les différents types de silice obtenus par cette méthode sont les silices précipitées, les gels et les silices colloïdales [19].

VIII.2.3. Préparation des nanocomposites

Les nanocomposites ont été formulés en diluant les concentrés « époxy-nanosilice » avec de la résine époxy pure pour produire des époxydes avec des concentrations de 0 à 30% en volume de nano-SiO₂. Les concentrés DGEBA et nano-SiO₂ ont été mélangés avec un agitateur mécanique 61 à 85 °C pour abaisser la viscosité de la résine [18].

Après dégazage sous vide pendant quatre heures, les agents de durcissement à la pipéridine ont été ajoutés au mélange puis agités mécaniquement sous vide pendant dix minutes. Enfin, le mélange a été versé dans un moule en acier préchauffé recouvert d'un agent de démoulage et durci thermiquement à 160 °C pendant 6 heures [18].

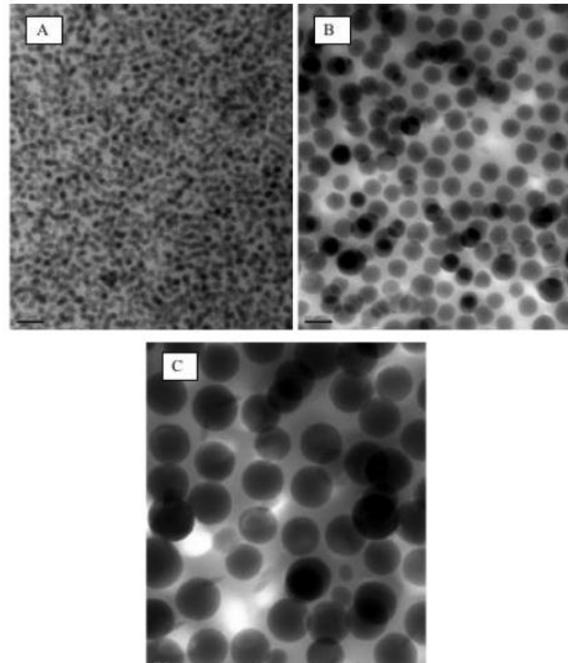


Figure 20 : Micrographies MET pour la distribution des particules de nanosilice dans le DGEBA (10% en volume): A) 23 nm, B) 74 nm et C) 170 nm [18].

Références bibliographiques :

- [1] Matthieu AMBID, Titre : Evaluation de nanocomposites polypropylène/silicate pour l'isolation électrique : Etude des phénomènes de polarisation, de conduction et des propriétés optiques. Le 25 mai 2007.
- [2] DIHAJ Ahmed « Modélisation numérique du comportement mécanique d'un nanocomposite à matrice polymère et nano-renfort » Université Djillali Liabes Sidi Bel Abbas Laboratoire des Matériaux & Hydrologie, année 2018-2019.
- [3] Charemtanyarak, L. Heavy metals removal by chemical coagulation and precipitation, Water Science and Technolgy. 39 (1999) 135–138.
- [4] Jérémie Aucher. Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Autre. INSA de Rouen, 2009. Français. NNT : 2009ISAM0012.
- [5] Mohamed Amine Zenasni. Synthèse et caractérisation des nanocomposites biodégradables élaborés par trois procédés (intercalation en solution, polymérisation in situ et par voie fondue). Autre. Université de Lorraine, 2015.
- [6] F.D. BRIAN CANTOR and I. STONE "Metal and Ceramic matrix composites" Institute of physics publishing, 2004.
- [7] C. WEISBUCH, Nanotechnologies, Encyclopædia Universalis, <http://www.universalis.fr/corpus2-encyclopedie/117/0/C040088/encyclopedie/NANOTECHNOLOGIES.htm>,
- [8] TROUDI BARIZA. Elaboration et Caractérisation de nanocomposites hybrides : Oxydes métalliques/polymères Soutenu le 21 / 07 / 2017.
- [9] TROUDI BARIZA. Elaboration et Caractérisation de nanocomposites hybrides : Oxydes métalliques/polymères Soutenu le 21 / 07 / 2017.
- [10] Salima Aicha, Synthèse et propriétés de matériaux nanocomposites à renforts graphites et cellulosiques, soutenue le 01/07/2008.
- [11] Effet du nanorenforcement sur les propriétés physicomécaniques et la durabilité des prf utilisés en génie civil Thèse de doctorat Spécialité : génie civil Florent GAUVIN.
- [12] Les composites, Maurice Reyne, collection « Que sais-je ? » (1995).
- [13] D. M. Marquis, E. Guillaume, C. Chivas-Joly. "Properties of nano-fillers in polymer". In: J. Cuppoletti. "Nanocomposites and polymers with analytical methods". Rijeka, Croatia, InTech, 2011, pp 261-284.

- [14] Madifarouk, Behloulalim, « Elaboration et caractérisation de nano-composites à base de PLA et de différentes nano-charges ». juillet 2011.
- [15] BELHADJI Djaila « Synthèse et Caractérisation de Composites PolyethylenedioxydeThiophene / Maghnite-Fe » soutenue le 02/12/2010.
- [16] Anthony Loiseau. Elaboration et caractérisation de Nanocomposites modèles Laponite/Polyoxyde d'éthylène. Soutenue le 27 Octobre 2006.
- [17] H. ALTHUES, J. HENLE and S. KASKEL "Functional inorganic nanofillers for transparent polymers" Chemical Society Reviews, vol.36 (9), p.1454–1465, 2007.
- [18] Dittanet, Peerapan, "Fracture Behavior of Silica Nanoparticle Filled Epoxy Resin" (2011). *Theses and Dissertations*. Paper 1034.
- [19] Sandra COUSINIÉ. Nanoluminophores inorganiques greffage de complexes de ruthénium(ii) et d'euporium(iii) sur nanoparticules de silice. Directrice de thèse Mme M-J. MENU Université Paul Sabatier de Toulouse III. Le 4 Décembre 2007.

Chapitre II

Assemblages collés

I. Introduction

La liaison de joints structuraux par adhésif est une technologie émergente pouvant se substituer aux méthodes traditionnelles d'assemblage telles que le soudage, le rivetage et le boulonnage, c'est pourquoi les industries de haute technologie l'utilisent depuis assez longtemps. Le milieu aéronautique fut le premier, au début des années 50, à utiliser les joints par adhésifs structuraux de façon sérieuse, en collant des substrats métalliques. C'est d'ailleurs par son utilisation avec l'aluminium (et conjointement avec l'intégration des matériaux composites) que les grands manufacturiers d'aéronefs ont développé les méthodes de conception de structures modernes [1].

Son introduction dans le domaine automobile a suivi deux décennies plus tard, dans le but de pouvoir alléger les structures de voitures exotiques. De nos jours, on compte près de 150 mètres linéaires de joint collé dans le châssis et dans la carrosserie de certaines voitures de production; même qu'on en trouve de plus en plus dans les voitures à faibles coûts. Il s'en va de même avec l'industrie ferroviaire, qui bénéficie de l'allègement de ses structures par l'utilisation de tôlerie et d'extrusions en aluminium, couplée avec celle des adhésifs [1].

II. Le collage structural

Bien que les connexions mécaniques boulonnées et rivetées soient faciles à installer, à inspecter et à remplacer, leur méthode de transmission d'efforts est plus ou moins efficace. Comme illustré aux figures 1.a et 1.b, on doit percer les pièces à joindre au préalable, générant des zones de concentrations de contraintes (facteur de 3 ou plus dans certains cas) aux bords des trous. Le mode de défaillance mécanique des structures chargées dynamiquement est très souvent causé par l'amorce de fissures à ces endroits. Les joints soudés ont l'avantage d'avoir une distribution de contrainte relativement plus constante (voir la Fig. 1.c). Cependant, la chaleur requise pour fusionner le métal d'apport avec les pièces d'assemblage transforme le matériau localement. La zone affectée thermiquement se traduit par une dégradation des substrats, spécialement dans le cas des tôles minces. Afin de pallier à ces effets, le concepteur doit, pour chacune de ces trois méthodes, sur dimensionner les pièces à assembler [1].

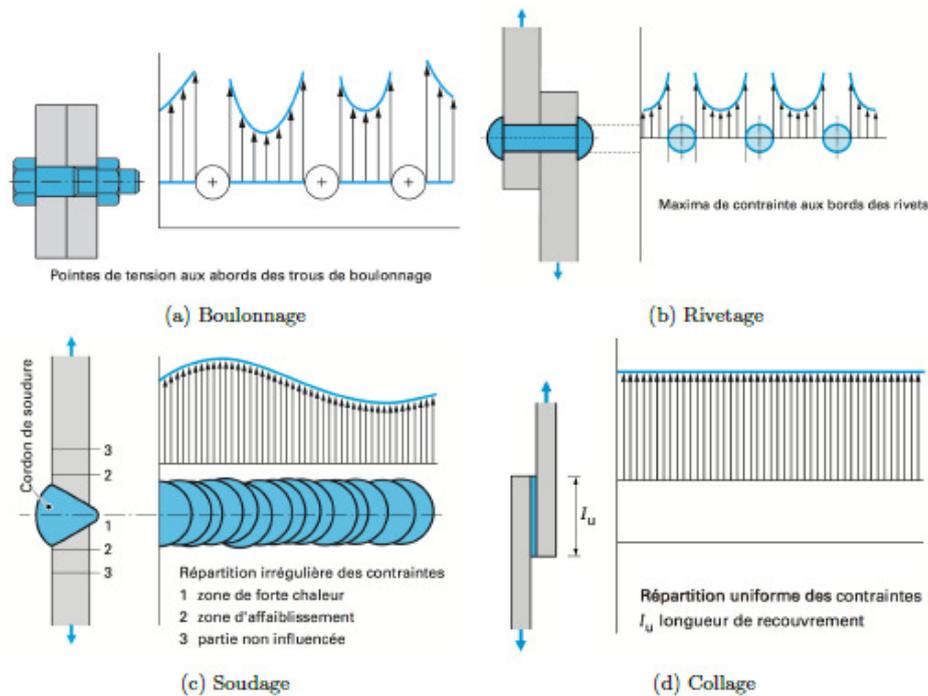


Figure 1 : Comparaison de méthodes d'assemblages structuraux par l'illustration de la distribution des contraintes dans la direction transverse au joint ; images adaptées du rapport de Cognard [1].

II. 1. Historique de la modélisation des joints collés

Les premiers essais sur le sujet ont été réalisés par O. Volkersen en 1938 et par M. Goland et E. Reissner en 1944. Ces articles ont permis d'avoir une première définition d'une problématique en ingénierie qui est encore présente aujourd'hui. C'est à partir de ces premiers modèles que, dès les années 70, d'autres auteurs ont emboîté le pas.

En 1973, Hart-Smith reprend les travaux précédents sur les joints collés et développe les joints à recouvrement simple collés. En 1974, le même auteur reprend ses travaux pour les appliquer aux adhérents en composite. Les années 90 marquent l'introduction du modèle non-linéaire dans les joints collés. En 1992, Crocombe et Bigwood introduisent un modèle élasto-plastique pour les adhérents [1].

En 1994, Op linger a repris le travail fait pendant les années 70 dans le but de découpler les phénomènes liés à l'adhésif et ceux liés aux adhérents. De plus, en 1995, Tsai et Morton ont comparé des essais expérimentaux aux modèles non-linéaires. Dès la fin des années 90, ce sont les modèles par éléments finis qui prennent la place dans les travaux. En 1999, Li développe un modèle éléments finis permettant de prédire la distribution des

contraintes dans un joint à recouvrement simple. En 2001, Dean développe le modèle éléments finis pour l'appliquer à une géométrie collée (pièce quelconque) [1].

Plus récemment, les auteurs tentent d'améliorer les modèles éléments finis et numériques dans le but de s'approcher des courbes expérimentales. Pour se faire, les auteurs passent d'un modèle 2-D à un modèle 3-D avec des éléments qui simulent la non-linéarité géométrique et des matériaux, tel que montré par Diaz, AsgariMehrabadi et Stoumbos [10, 11]. Une autre approche avec les modèles numériques considère les comportements non-linéaires de la colle et des adhérents, tel que développés par Langella [1].

II. 2. Normes

Il y a plusieurs normes utilisées dans ce type d'expérimentation. Elles permettent la reproductibilité des assemblages entre autres afin de pouvoir comparer les résultats entre eux puisque l'échantillon de base ainsi que les méthodes utilisées restent les mêmes.

- ASTM D3165-07 est la norme la plus importante. Il s'agit du standard d'essai pour déterminer la résistance d'un joint composite collé à recouvrement simple soumis à une tension. Cette norme stipule que la préparation de la surface collée affecte la résistance en cisaillement de la colle. Il s'agit d'une façon de contrôler la qualité d'un joint collé. Pour ce faire, les essais destructifs sont utilisés.
- ASTM D4896 est la norme utilisée pour les essais réalisés sur les échantillons à recouvrement simple collés. Les essais les plus courants permettent de trouver la résistance en cisaillement d'un joint de colle lorsque les adhérents sont minces.
- ASTM D1 002 est la norme utilisée pour trouver la résistance en cisaillement d'un joint à recouvrement simple collé dont les adhérents sont en métal. La norme contrôle les effets de la préparation de surface et les facteurs environnementaux.
- ASTM D5656 est la norme utilisée pour trouver la résistance en cisaillement d'un joint à recouvrement simple collé dont les adhérents sont en métal et sont épais.
- ASTM D5961 est la norme pour évaluer l'endommagement progressif par matage d'un échantillon composite. Il est important de bien comprendre comment progresse l'endommagement puisque ce comportement doit être modélisé par éléments finis pour obtenir le comportement non-linéaire comme dans la pratique [1].

II. 3. Différents types d'assemblages collés

Les divers assemblages collés employés dans le secteur aéronautique peuvent être classés en trois catégories. On retrouve principalement :

- les joints à simple et double recouvrement ("single and double lap joints")
- les joints massiques et annulaires en torsion ("torsion butt joint and napkin ring ")
- et les joints massiques sollicités en traction ("butt joints").

Le choix de la géométrie utilisée correspond à un compromis entre la simplicité d'élaboration et le type de sollicitation envisagé [2].

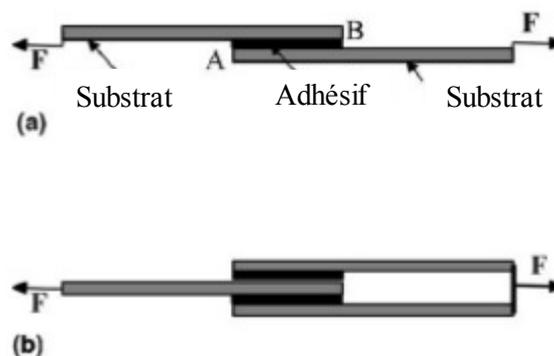


Figure 2 : Représentation schématique d'un joint à simple et double recouvrement [2].

II. 4. Avantages du collage structural

L'assemblage par collage présente de nombreux avantages par rapport aux techniques traditionnelles employées en aéronautique comme le rivetage ou le soudage. Elle est tout d'abord très rapide à mettre en œuvre, d'autant plus que son application est souvent automatisée. Elle s'adapte lorsqu'il faut assembler des matériaux différents, fragiles ou minces. L'assemblage entre les matériaux est continu ce qui permet de répartir uniformément les efforts et d'éviter les concentrations de contraintes. Il en résulte une résistance mécanique supérieure à celle produite par le rivetage par exemple. Elle ne nécessite pas d'échauffement local important, comme pour le soudage, et ainsi ne modifie pas les propriétés des matériaux à assembler. Le gain de poids est important, les adhésifs absorbent une partie des vibrations et apportent une isolation aussi bien thermique, phonique qu'électrique [2].

III. Les familles principales des adhésifs structuraux

Il existe de nombreuses familles d'adhésifs (ceux à base d'élastomères, tels que les néoprènes, les élastomères thermoplastiques, tel le SBS, les adhésifs thermofusibles, tels l'EVA ou les polyamides, les thermodurcissables, telles les résines époxydes ...) mais pour remplir le rôle qui leur est demandé, à savoir joindre dans des conditions parfois sévères des substrats supportant d'importantes charges, les adhésifs structuraux se doivent d'être eux même mécaniquement résistants.

Cette contrainte fait que la plupart des adhésifs structuraux est à structure tridimensionnelle, il s'agit de produits réticulés. Dans la pratique, la majorité des adhésifs structuraux sont composés de résines époxydes. Toutefois, les familles des polyuréthanes, des acryliques et des phénoliques peuvent être également employées à cette fin.

Un adhésif structural ne pouvant avoir à la fois de hautes performances mécaniques et être souple, l'hybridation des différents types de colle se développe actuellement afin de bénéficier d'une éventuelle complémentarité et additivité de leurs propriétés [2].

L'une des définitions qui différencie les adhésifs structuraux et non structuraux, présente les adhésifs non structuraux comme étant ceux à base d'élastomère et de thermoplastique et qui ont des propriétés mécaniques faibles. On les retrouve principalement dans les applications domestiques comme adhésif de faible cohésion [3].

III. 1 Les époxydes

III. 1. 1. Constituants

Les adhésifs époxydes réticulent généralement en présence d'un durcisseur qui va permettre l'ouverture du cycle époxy (Fig.3) et va ainsi relier les monomères entre eux. Il faut pour cela que les durcisseurs possèdent au moins deux fonctions pouvant réagir avec les prépolymères. Ce sont la plupart du temps des amines ou des anhydrides [2].

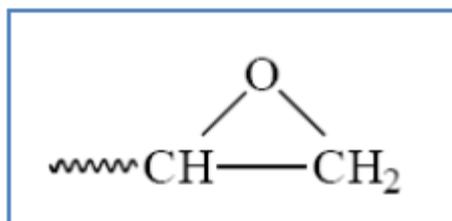


Figure 3 : Structure chimique du groupe époxyde [2].

Selon le nombre de fonctions époxydes que possède le pré-polymère (2, 3 ou 4), celui-ci est bi, tri ou tétra-fonctionnel. Il existe de nombreux pré-polymères époxydes, le plus connu d'entre eux étant la DGEBA ou DiGlycidylEther du Bisphénol A. Dans l'industrie aéronautique, le plus couramment utilisé est la TGDMA ou 4,4' Tétra Glycidyl Méthylène Di Aniline (TGDDM en anglais, pour 4,4' TetraGlycidylDiaminoDiphenylMethane).

C'est un pré-polymère tétra-fonctionnel de formule chimique dont la structure chimique est donnée par la figure 4.

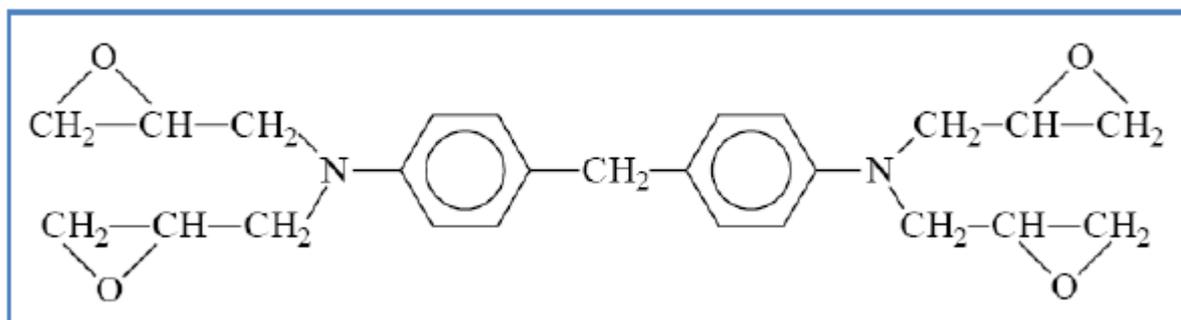


Figure 4 : Structure chimique du TGDMA [2].

Les principaux durcisseurs associés sont la DDS, ou 4,4 DiaminoDiphénylSulfone, et la DDA, ou DicyanDiAmide. Les structures chimiques de ces deux composés sont représentées sur la figure 5.

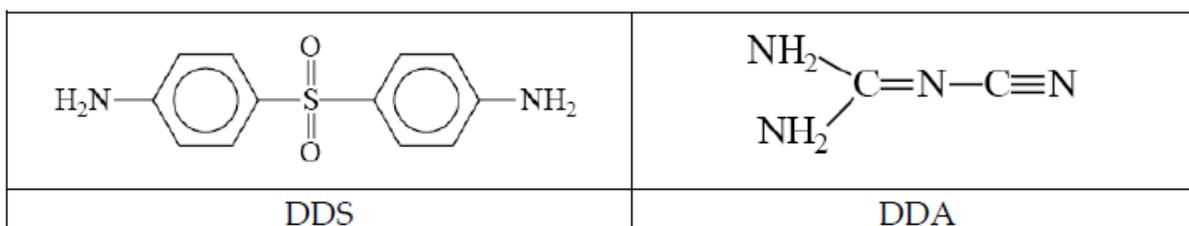


Figure 5 : Structure chimique des durcisseurs DDS et DDA [2].

Selon les propriétés physiques, chimiques et/ou mécaniques attendues, d'autres composants peuvent éventuellement être introduits dans la formulation. On retiendra principalement l'addition :

a) Charges minérales

Elles peuvent intervenir à des taux très importants (de l'ordre de 65% en masse de la formulation de la résine) et permettent d'augmenter la viscosité de la résine non réticulée, ainsi que la tenue thermique et les propriétés mécaniques du réseau réticulé. Enfin, elles baissent fortement le prix de la résine. Il s'agit généralement de particules de silice mais on trouve aussi des charges à base d'aluminium (Al pur, Al_2O_3 , $\text{Al}(\text{OH})_3$), de magnésium...

b) Catalyseurs

Ils servent à augmenter la vitesse de réticulation. Leur nature dépend des constituants de la résine. Les catalyseurs généralement utilisés avec la TGMDA sont des composés de type [2].

c) Plastifiants

Employés modérément, de l'ordre de quelques pour cent, ils permettent de réduire la viscosité sans trop diminuer les caractéristiques mécaniques.

d) Antioxydants

On distingue les stabilisants primaires, qui empêchent les scissions de chaînes par mécanismes radicalaires, des stabilisants secondaires, qui décomposent les hydroperoxydes. Citons comme exemples de stabilisants, le noir de carbone, certaines amines, des phosphites et des phénols encombrés comme le BHT.

e) Agents ignifuges

Ils ralentissent les phénomènes de combustion. Il peut s'agir de charges minérales, qui vont agir comme des puits de chaleur, ou de composés plus spécifiques comme l'alumine tri-hydratée, $\text{Al}(\text{OH})_3$, une autre charge minérale qui présente l'avantage de libérer de l'eau par une réaction fortement endothermique [2].

III. 1. 2. Réticulation

Les adhésifs époxydes se présentent sous deux formes : les monocomposants et les bicomposants. Dans le cas des adhésifs à deux composants, le durcisseur est ajouté au moment de l'emploi, mélangé intimement à la résine, la réticulation s'effectuant à température ambiante (quelques heures). Les adhésifs monocomposants contiennent à la fois

la résine époxyde et le durcisseur. La réticulation se fait généralement à chaud en une ou deux heures au plus. La réaction entre prépolymère époxyde et durcisseur amine conduisant à un réseau tridimensionnel est illustrée sur la figure 6. Il existe d'autres réactions chimiques plus marginales, telles que l'homopolymérisation, la réaction avec les groupements hydroxyles, ...

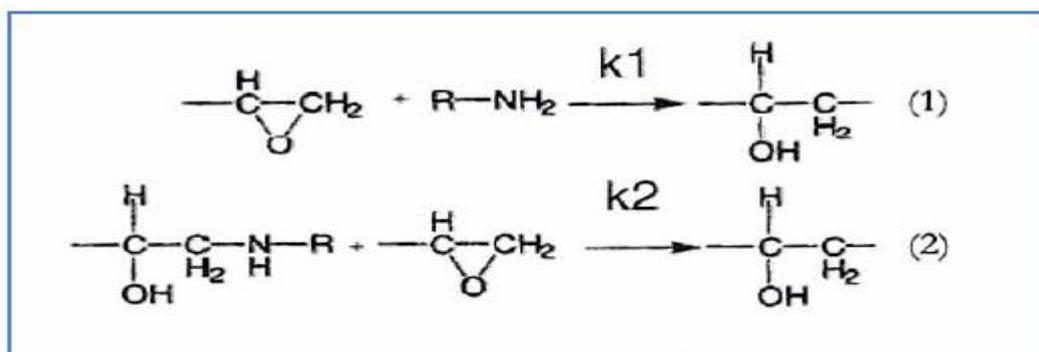


Figure 6 : Réaction de polyaddition entre bouts de chaînes amine et époxydes [2].

De nombreux auteurs ont démontré une influence forte de la nature du substrat métallique sur les mécanismes réactionnels intervenant lors de la réticulation des systèmes époxydes. V. Pecheraux a montré que dans le cas d'un substrat en acier, la réticulation dans l'interphase était plus importante que dans la masse de l'adhésif.

D'autres auteurs ont montré que pendant la réticulation, il y avait ségrégation de certains des constituants de l'adhésif vers la surface. De Vries et al. a ainsi observé la ségrégation de la DDA à l'interface acier/adhésif ainsi qu'à l'interface air/adhésif. De même, Hong et al. a observé un enrichissement en durcisseur à l'interface [2].

III. 1. 3. Nouvelles perspectives associées au renforcement par des copolymères à blocs acryliques

Une nouvelle gamme de copolymères à blocs acryliques, les Nanostrength[®], commercialisée par Arkéma offre de nouvelles perspectives de développement dans le domaine du collage structural.

L'innovation majeure consiste en l'aptitude à organiser à l'échelle nanométrique l'agencement de toute molécule de polymère miscible avec l'un de ces matériaux.

Deux familles de copolymères constitués de plusieurs segments distincts de nature chimique différente ont été développées :

- Les copolymères MAM à deux blocs poly(méthylméthacrylate) et bloc central de poly(butylacrylate)
- Les copolymères SBM de polystyrène, polybutadiène et polyméthylméthacrylate. Miscibles avec la plupart des résines époxydes industrielles, ces copolymères permettent de conférer aux adhésifs une résistance mécanique accrue tout en conservant leurs propriétés intrinsèques [2].

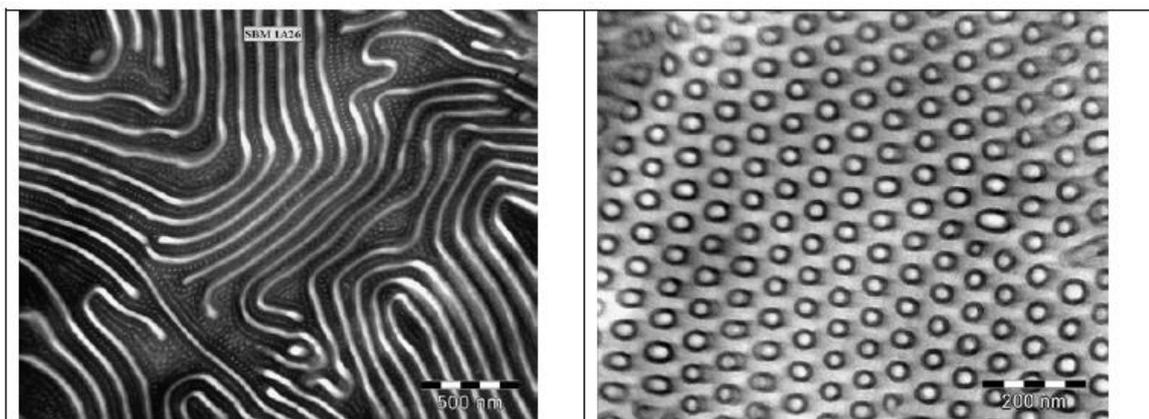


Figure 7 : Images microscopiques de matériaux nanostructurés avec des Nanostrength [2].

III. 2. Polyuréthanes

Les adhésifs à base de polyuréthane sont disponibles en systèmes mono ou bi-composants. Ils sont obtenus par polyaddition entre un isocyanate et des polyesters ou des polyéthers branchés comprenant plusieurs groupements hydroxyles (Fig.8). La réticulation est catalysée par l'humidité ambiante. Pour éviter la formation de bulles lors de la réticulation il faut maintenir l'assemblage sous pression à l'aide d'un dispositif approprié [2].

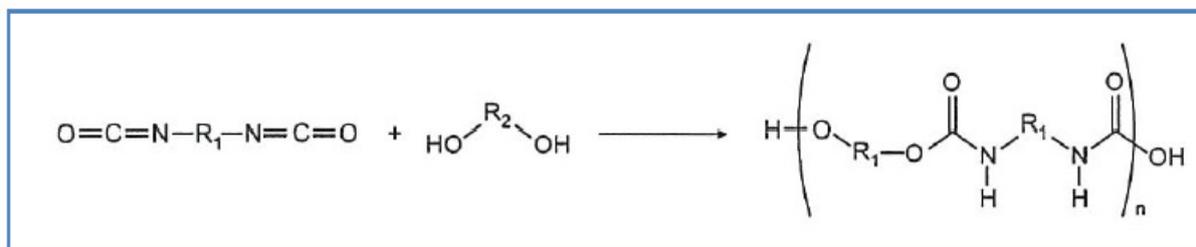


Figure 8 : Synthèse des polyuréthanes.

Ces adhésifs peuvent être souples ou rigides, ce qui permet par exemple l'assemblage de matériaux présentant des coefficients de dilatation très différents. Moins résistants que les

époxydes, ils sont toutefois utilisés pour l'assemblage d'éléments sandwichs constitués de panneaux stratifiés (plastiques) ou de métaux (aluminium) [2].

III. 3. Acryliques

Ce sont des adhésifs bicomposants. Dans certains cas, la résine acrylique est appliquée sur l'un des substrats et le durcisseur sur l'autre (Fig.9). Lorsque les deux supports sont pressés, le catalyseur diffuse dans la résine et initie la réticulation en quelques minutes. Les joints souples obtenus ont une très bonne résistance au cisaillement et au pelage. Les adhésifs acryliques les plus courants sont les cyanoacrylates et les méthacrylates. Ils sont obtenus par polymérisation anionique (cas des cyanoacrylates) ou par polymérisation radicalaire (cas des méthacrylates) [2].

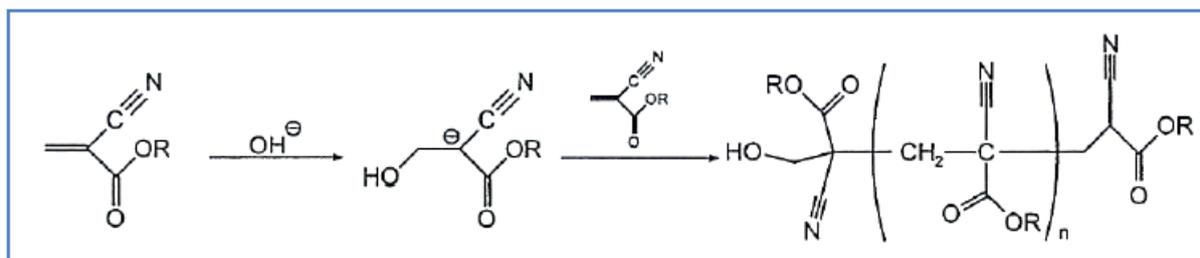


Figure 9 : Synthèse des méthacrylates.

III.4. Phénoliques

Les adhésifs phénoliques sont des produits de polycondensation du phénol et du formaldéhyde (formol). Schématiquement, la réaction consiste en une élimination d'eau entre deux cycles benzéniques et une molécule de formaldéhyde (Fig.10).

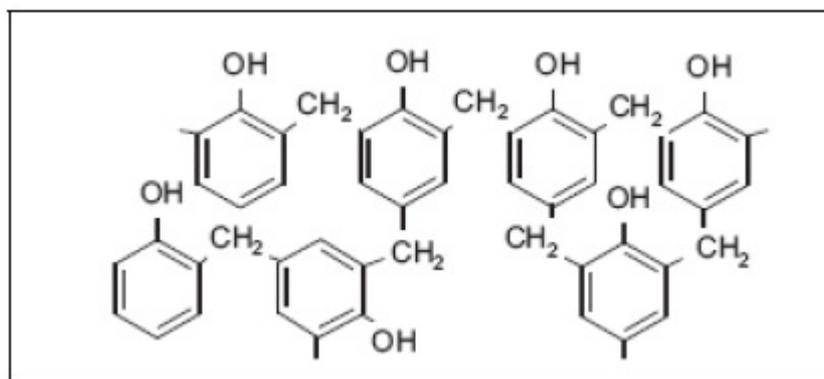


Figure 10 : Structure chimique globale d'une résine phénolique [2].

Les adhésifs phénoliques sont conditionnés sous formes de films ou de liquides. Le durcissement intervient à chaud et sous pression pour évacuer les sous-produits volatiles de condensation.

L'alliage des résines phénoliques permet leur utilisation dans le collage du métal en aéronautique. Pour ces applications, les résines sont modifiées par des élastomères ou par des thermoplastiques :

- Les phénoliques nitriles permettent d'obtenir de bonnes performances mécaniques
- Les phénoliques néoprènes permettent d'obtenir une bonne résistance à basse température mais sont plus sensibles à l'humidité et aux agents chimiques
- Les phénoliques vinyliques permettent d'obtenir une excellente résistance mécanique et une bonne résistance à l'humidité [3].

IV. Mécanismes d'adhésion

Les mécanismes ou théorie de l'adhésion tentent d'expliquer comment une liaison adhésive se forme entre deux matériaux. Il n'y a pas de mécanisme universel pour expliquer toutes les obligations. En fait, dans les joints adhésifs, il y a généralement plus d'un mécanisme contribuant à la force d'adhérence [4].

IV.1. Théorie mécanique

Cette théorie propose que l'enclenchement mécanique de l'adhésif dans les irrégularités de la surface du substrat est la principale source d'adhérence intrinsèque. Cela signifie que l'adhérence est directement liée à la rugosité du substrat. Mécanique, comme le grenailage, ou rugosification chimique, comme l'anodisation, génèrent différentes valeurs de rugosité de surface et également différentes caractéristiques. La taille et la forme de ces caractéristiques ont une influence sur l'adhérence, fournissant un chemin tortueux qui empêche la séparation de l'adhésif de l'adhérent. Cependant, cette théorie n'est pas en mesure d'expliquer la bonne force d'adhérence atteinte dans certains cas entre des surfaces lisses [4].

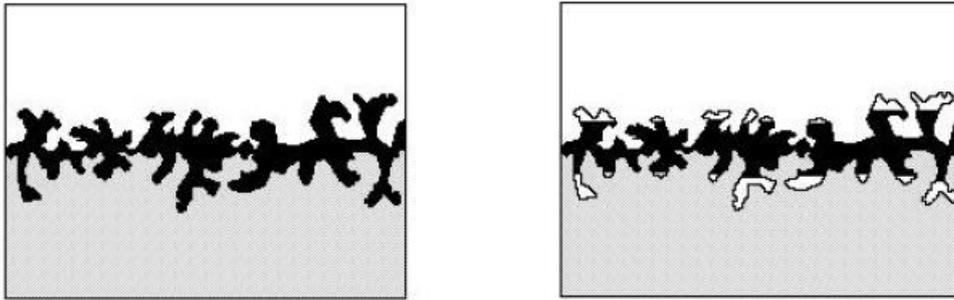


Figure 11 : Ancre mécanique [5].

IV.2. Théorie de la diffusion (inter-moléculaire)

La diffusion des segments et des extrémités de chaîne des polymères a été suggérée comme mécanisme d'adhésion de polymères similaires. Cela nécessite que les macromolécules ou segments de chaîne de polymères (adhésif et substrat) possèdent une mobilité suffisante et soient mutuellement solubles. Deux polymères, ou un polymère et un solvant, sont miscibles lorsqu'ils ont des paramètres de solubilité similaires. Cette théorie démontre l'auto-adhérence des plastiques par soudage à chaud ou par solvant, et explique également pourquoi les polymères avec des paramètres de solubilité très différents ne présentent pas une bonne adhérence entre eux [5].

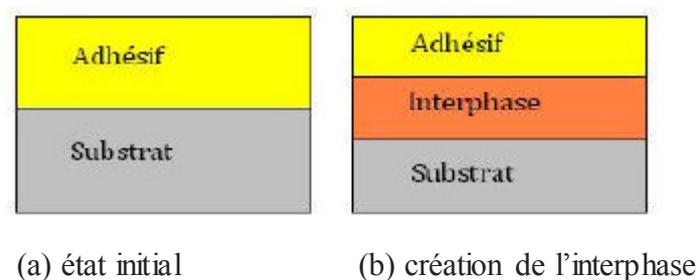


Figure 12 : Diffusion inter-moléculaire [5].

IV.3. Théorie électrique

Dans les joints adhésifs de substrats métalliques, la nature différente des matériaux (métal et polymère) facilite le transfert d'électrons du métal à l'adhésif, afin d'équilibrer les niveaux de Fermi à la fois en métal et en polymère. Le résultat est la création d'une double couche électrique à l'interface. L'existence de cette couche est facile à démontrer. Par exemple, il provoque des éclairs de lumière et de bruit qui se produisent lorsqu'un ruban adhésif est dénudé sur une surface solide. Cependant, il n'est pas clair si de telles forces

électrostatiques favorisent une augmentation de la résistance des articulations ou si elles sont le résultat de cette augmentation [5].

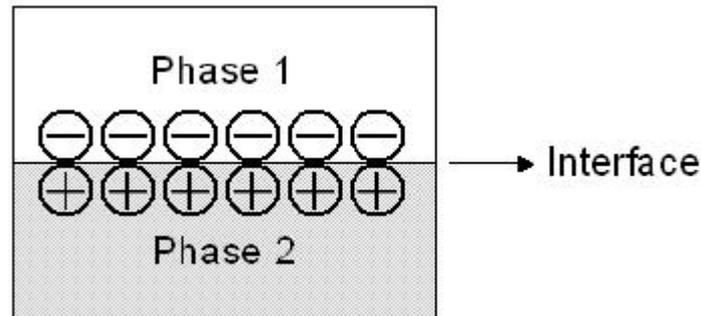


Figure 13 : Théorie électrique [5]

IV.4. Théorie chimique

A été proposée par Buchanet Rae. L'adhésion est basée ici sur la formation de liaisons chimiques iono-covalentes. Ces liaisons sont parmi les plus fortes : elle s'assurent aux assemblages collés une résistance à la rupture importante et une meilleure durabilité, contrairement aux liaisons type Van der Waals. La distance d'interaction entre atomes (0,15 à 0,24 nm) impose ainsi un contact intime entre les deux matériaux [3].

IV.5. Théorie rhéologique

Cette théorie est l'une des plus récentes, développée par Gent et Schultz et étudiée par De Gennes, elle s'appuie principalement sur la théorie thermodynamique. Elle relie l'énergie de fracture d'adhérence au travail thermodynamique d'adhésion en prenant également en compte les dissipations locales interfaciales et les dissipations volumiques des matériaux [3].

IV.6. Théorie de l'adsorption thermodynamique (Mouillabilité et viscosité de l'adhésif)

La théorie de l'adsorption de l'adhésion est la théorie la plus largement applicable et propose que, à condition qu'un contact moléculaire suffisamment intime soit atteint à l'interface, les matériaux adhéreront en raison des forces interatomiques et intermoléculaires qui s'établissent entre les atomes et les molécules des surfaces de l'adhésif et du substrat. Cela signifie que l'adhésif doit s'étendre sur la surface solide. Un liquide mouille un solide lorsque l'angle de contact entre une goutte de liquide et une surface solide est inférieur à 90 °; en

d'autres termes, lorsque l'énergie libre de surface de la surface est supérieure à la tension superficielle du liquide. L'équation de Young décrit la relation entre l'énergie libre de surface, γ_{SV} et l'angle de contact, θ , au point de contact à trois voies (Fig.14) [4]:

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos\theta \quad (1)$$

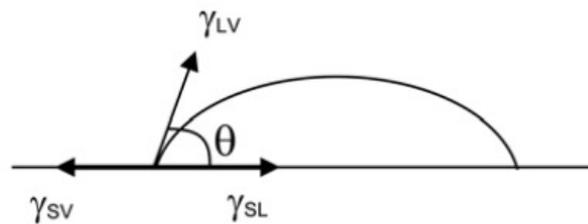


Figure 14 : Représentation schématique des interactions existant lorsqu'un liquide mouille une surface [4].

Le travail d'adhésion, W_A , est défini comme la différence entre la somme des énergies libres superficielles des phases solide et liquide et l'énergie libre interfaciale :

$$W_A = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \quad (2)$$

En combinant les équations (1) et (2), la relation entre le travail d'adhésion et l'angle de contact peut être obtenue :

$$W_A = \gamma_{LV} (1 + \cos\theta) \quad (3)$$

Cette équation est très utile pour estimer la résistance d'un joint adhésif, sachant que plus le travail d'adhésion est élevé, plus la force d'adhésion est élevée. L'énergie de surface d'un liquide, γ_{LV} , est un paramètre connu, et l'angle de contact est très facile à déterminer. Théorie des couches limites faibles: Ce n'est pas strictement un mécanisme d'adhésion, mais c'est une théorie qui permet d'expliquer le manque d'adhérence dans de nombreux cas. Les couches d'oxyde, les espèces de faible poids moléculaire, les huiles et autres contaminants sont de faibles couches limites, mal adhérentes au substrat. Si l'un des telles couches sont présentes sur la surface de l'adhérent lors du collage, le joint échouera entre cette couche et le substrat à faible résistance [4].

Le mouillage d'un adhésif se définit par sa capacité à pouvoir s'étaler sur la surface d'un solide, afin d'offrir un contact complet avec son adhérent et pour que les forces d'adhésion puissent se développer. Essentiellement, le mouillage dépend des caractéristiques rhéologiques de l'adhésif, au niveau de la rugosité des substrats et de la tension de surface des interstices à coller.

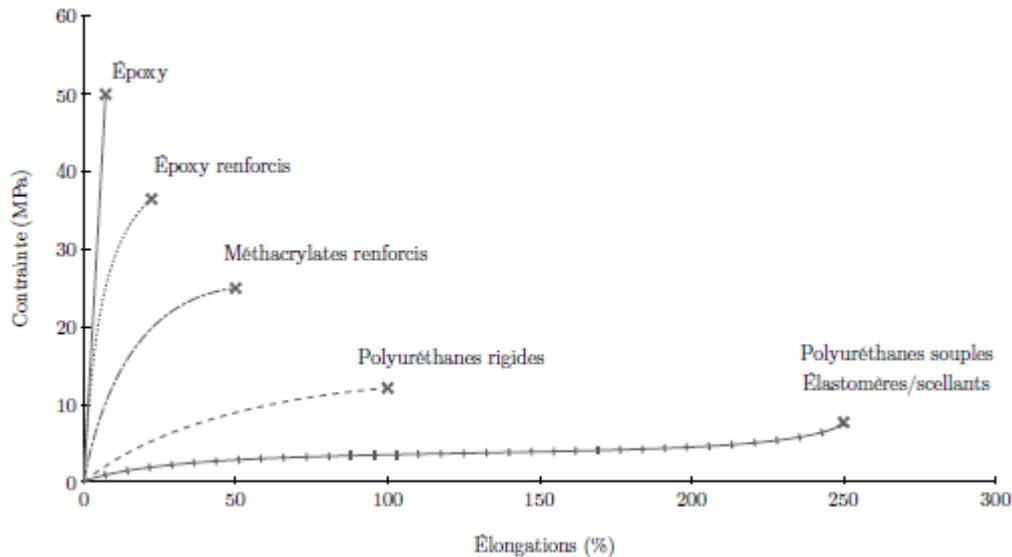


Figure 15 : Courbes de traction typique des principales familles d'adhésifs structuraux, passant des applications à haute résistance mécanique à celles à haute ténacité [5].

Comme l'on peut voir à la figure 16.a, un adhésif peut faire un bon lien mécanique entre les deux surfaces que lorsqu'il pénètre dans les irrégularités des matériaux des substrats. La figure 16.b, illustre le cas où l'adhésif a une viscosité trop élevée par rapport à la rugosité des adhérents. Par conséquent, l'adhésif n'adhère que sur une partie des matériaux solides et son manque d'accrochage l'empêche de transmettre sa charge efficacement. [5].

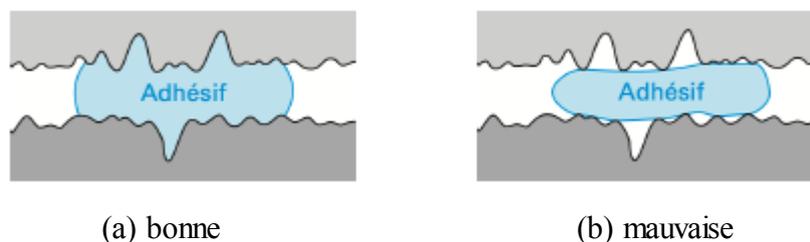


Figure 16 : Mouillabilité de l'adhésif sur des substrats [5].

Augmenter la tension de surface par le traitement chimique ou mécanique des surfaces des adhérents est l'un des meilleurs moyens de favoriser le mouillage et l'adhésion. Toutefois, la nature physique de l'adhésif ainsi que ses manipulations lors de son application sont aussi un aspect à considérer en milieu industriel. L'évolution de la viscosité d'un adhésif est liée à son niveau de réticulation. Puisque la dynamique de réticulation d'un adhésif dépend de sa nature chimique et de la température d'utilisation, le choix du système d'adhésif peut avoir un impact significatif sur la cadence et la séquence de production d'une chaîne de montage. Tel qu'illustré à la figure 17, le cycle de réticulation d'un adhésif est essentiellement constitué d'un temps de travail, d'un temps de gélification et d'un temps de durcissement. Durant la première phase, l'adhésif peut être mélangé, injecté, appliqué et étendu sur les substrats sans affecter sa capacité à mouiller les surfaces. Plus on approche la fin du temps de travail, plus il devient difficile de l'étendre. À ce stade, l'adhésif doit couvrir la totalité de la surface à joindre, car son gain en viscosité fait qu'il n'est plus manipulable et parce qu'il commence à perdre son aspect gommant (tack en anglais). Tout mouvement entre le temps de travail et le temps de gélification peut potentiellement induire des contraintes résiduelles dans le joint et affecter la qualité du collage. Pour cette raison, on doit généralement garder les substrats immobiles durant cette période dans un gabarit, afin de s'assurer que la gravité (ou un accident) ne déforme l'assemblage de façon permanente. Au-delà du temps de gélification, l'assemblage peut être démonté du gabarit et manipulé avec soin. Le durcissement complet prend généralement la forme d'une fonction asymptotique telle qu'à la figure 17.

Généralement les manufacturiers donnent un temps de « cure » pour lequel l'adhésif aura atteint un niveau de réticulation de 80 à 90%, ce qui est acceptable pour la majorité des applications en ingénierie. Pour obtenir la totalité des propriétés mécaniques, certains afficheront le temps de mûrissement, c'est-à-dire le temps où le durcissement sera complété à 99%. Ce délai doit être respecté si l'on prévoit faire l'évaluation expérimentale d'un adhésif ou d'un traitement de surface. À titre d'exemple, un adhésif à époxy typique a généralement un temps de travail se situant près entre 30 et 60 minutes, un temps de durcissement de 24 heures et un temps de mûrissement d'environ 5 à 7 jours [5].

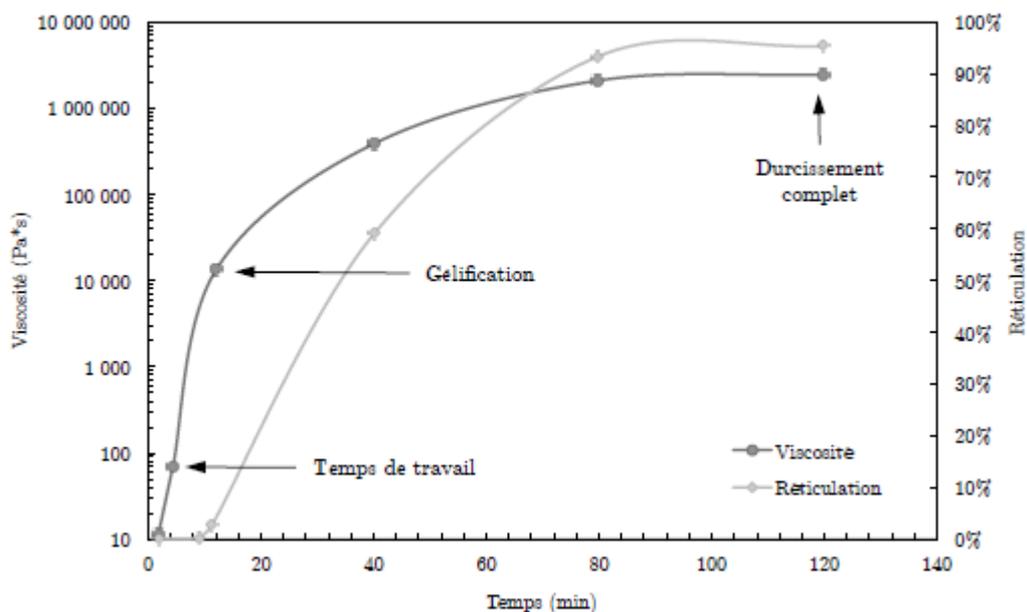


Figure 17 : Évolution du durcissement d'un adhésif bi-composant à base d'époxy. [5].

V. Traitements de surface avant le collage

Pour réaliser un bon collage, il est souvent nécessaire de préparer les surfaces avant d'appliquer la colle. Cette préparation peut consister en un simple nettoyage de la surface ou bien à utiliser des méthodes spécifiques de traitement, pour donner des caractéristiques souhaitables à cette surface, on utilise les traitements de surface décrite ultérieurement [6].

V. 1. L'importance du traitement

La surface des métaux est recouverte de plusieurs couches de produits défavorables au collage.

- Eliminer les saletés, pollution, et lubrifiants de laminage, étirage
- Eliminer les couches d'adsorbées, eau par exemple.
- Eliminer les couches plus ou moins fragile (oxyde naturel, oxyde hydratés) jusqu'à retrouver le métal nu, parfaitement propre.
- Faire en sorte que l'adhésif mouille bien la surface
- Augmenter la rugosité de surface, pour augmenter l'accrochage mécanique.
- Recréer une nouvelle couche réactive d'oxyde ou autre couche solide sur le quelle l'adhésif choisi adhérerait fortement. De plus le traitement de surface doit être relativement facile à réaliser, et surtout facile à contrôler pour vérifier son efficacité [6].

V.2. Cas des métaux

V.2.1. Aluminium

Au-delà des propriétés physiques et chimiques d'un adhésif à transmettre les forces d'un adhérent à l'autre par ses forces de cohésion, il est important qu'un assemblage possède des forces d'adhésion interfaciales de qualité pour garantir un joint durable avec une bonne répétitivité. En effet, la résistance d'un assemblage collé ne peut être plus forte que le maillon le plus faible de la chaîne de liaison des matériaux (substrat 1 - interface 1 - adhésif - interface 2 - substrat 2). Les matériaux d'ingénierie n'offrent pas tous le même niveau d'énergie de surface disponible pour favoriser l'adhésion d'un adhésif. Sans aller dans les détails de la mesure de tension superficielle des matériaux, il est possible de schématiser la qualité de cette propriété avec le test de la gouttelette d'eau. La figure 18.b montre un matériau qui a naturellement une faible énergie d'adhésion, comme cela est généralement le cas avec les plastiques, tel que le PFTE. La figure 18.c représente bien la mouillabilité de la plupart des métaux et la figure 18.d illustre un mouillage de très haute qualité qu'on pourrait obtenir après le traitement de sa surface [6].

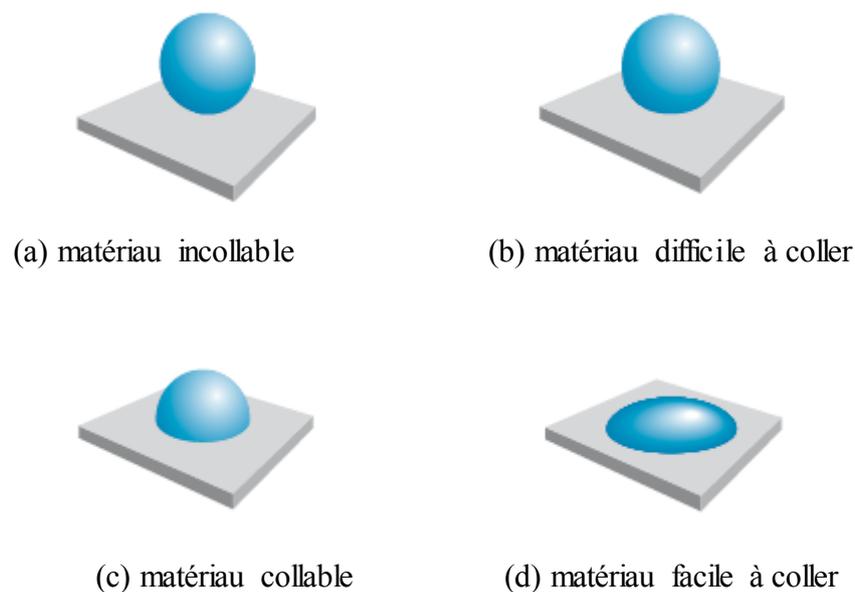


Figure 18 : Schématisation simplifiée de la relation entre la tension de surface et la mouillabilité d'un substrat [6].

Les alliages d'aluminium ont une énergie de surface élevée en raison de la couche d'oxyde très polaire qu'ils portent. Par contre, cette couche formée de façon naturelle est

généralement instable due à sa topologie aléatoire, à l'humidité contenue et à son état friable. Ceci rend l'accrochage mécanique fragile et vulnérable à la dégradation environnementale. De plus, l'énergie de surface des alliages (transformés) est dans la majorité des cas affectée par présence de différents types de contaminant issus des procédés de formage (usinage, extrusion, laminage, pliage, moulage, etc.). On peut voir plus concrètement à la figure 19.

Les différents éléments de surface affectant les forces d'adhésion d'un substrat en aluminium non traité [6].

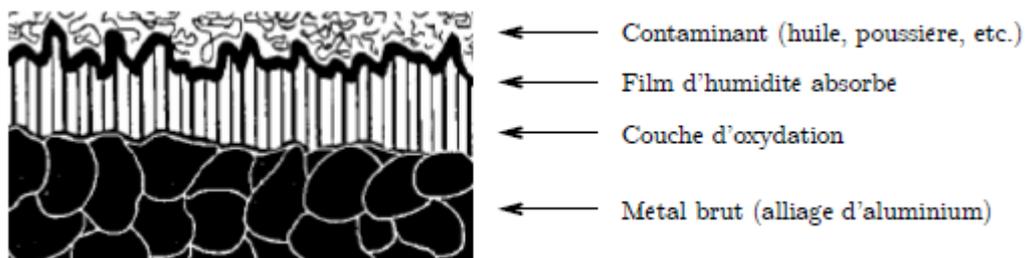


Figure 19 : Couches d'interphase typiques en surface d'un substrat en aluminium.

De façon générale, les trois transformations qu'on souhaite réaliser lors d'un traitement de surface sont :

- Enlever la couche superficielle (faible) du matériau ;
- Modifier la chimie de surface ;
- Changer la rugosité (topologie) de la surface.

Même si la liste de méthodes de préparation de surface dédiées aux alliages d'aluminium provenant de la littérature est très longue, cette section tentera de faire un résumé des différentes catégories de protocoles disponibles aux industries. Tout ceci dans le but de pouvoir mieux choisir celles qui sont les plus appropriées au domaine manufacturier à petite échelle [6].

▪ Dégraissage

Cette étape est essentielle pour l'usage de la majorité des adhésifs structuraux, car l'accumulation de contaminants agit comme « couche faible » entre l'adhésif et les adhérents. Un dépoussiérage est nécessaire au préalable afin d'enlever les particules métalliques ou de poussière ambiante accumulée en surface. Ensuite, il est nécessaire d'enlever les contaminants organiques tels que les huiles, graisses ou cires introduites en surface tout au long du cycle de

transformation et de distribution de la matière brute. Les solutions employées dans l'industrie sont généralement les solvants organiques et les dégraissages alcalins. Les solvants comme l'acétone, le méthyle éthyle cétone et l'alcool isopropylique sont les plus populaires dus à leur simplicité d'utilisation. Ils peuvent soit être utilisés dans une chambre de vapeur ou en délogeant la graisse avec un chiffon propre. Le dégraissage alcalin quant à lui exige un peu plus de contrôle. La technique consiste à dissoudre les graisses dans un bain à solution basique, l'hydroxyde de sodium (NaOH). Il faut noter que la concentration de la solution, la température et le temps d'immersion peuvent affecter l'efficacité du procédé. En effet, il est possible de soit partiellement dégraisser les surfaces ou même de dissoudre complètement la couche d'oxyde du métal. Le choix du procédé de dégraissage dépend habituellement des restrictions de l'entreprise manufacturière en termes de santé et sécurité (odeur, temps d'exposition, point d'éclair, etc.) et des capacités à contrôler les paramètres impliqués. Ces deux aspects sont évidemment liés au coût de mise en place et d'utilisation du procédé [7].

- **Abrasion mécanique**

Il est connu que l'ajout de rugosité sur une surface ajoute une sorte de mécanisme d'inter liaison favorisant la résistance du joint. De plus, dans certains cas, on peut enlever une partie de la portion faible de la couche d'oxyde native sur les surfaces d'aluminium, quoique ce soit difficile à quantifier. Néanmoins, cela ne veut pas dire qu'il faut avoir la surface la plus rugueuse possible, car des marques trop profondes (par exemple un moletage) peuvent entraîner l'initiation de fissures et la surexposition de l'interface à la dégradation environnementale, causant la rupture prématurée du joint. Il reste qu'il n'existe pas de topologie idéale, chaque combinaison d'adhésif et d'adhérents, ainsi que l'application mécanique, peut privilégier une méthode en particulier et doit être testée. L'abrasion mécanique peut être appliquée sous différentes formes : par projection de jet de particules (silice ou alumine), par ponçage avec du papier-émeri et même par brosses métalliques. Le dégraissage des surfaces doit être réalisé avant et après l'abrasion mécanique pour éviter d'incruster les contaminants dans la topologie de la surface traitée [7].

▪ Traitements chimiques et électrochimiques

Les traitements de décapage chimique (etch en anglais) ont été développés et optimisés pour l'industrie aéronautique. Le plus ancien et plus populaire est le traitement FPL, faisant partie des traitements de décapage à l'acide sulfurique et à l'acide chromique. Le traitement est habituellement précédé par un dégraissage alcalin. Son principe est de désoxyder entièrement la couche superficielle native sur le métal, puis une fois que la réaction chimique atteint l'alliage, celle-ci laisse un résidu d'oxyde d'aluminium d'une épaisseur contrôlée (~40 nm). De nos jours, le décapage FPL s'est fait dépasser par le traitement « P2 etch ». Son procédé est semblable, mais sa solution est composée d'acide sulfurique et de sulfate ferrique, réduisant beaucoup les risques de toxicité par rapport au Cr(IV) issu du FPL. Il est également possible de faire un décapage alcalin avec une solution 10% NaOH, celui-ci étant un peu moins nocif que les acides. Pour obtenir un dépôt d'oxyde contrôlé, il faut prévoir un temps d'immersion plus long et un contrôle plus précis des paramètres que le dégraissage alcalin [7].

Les traitements électrochimiques sont en fait de l'anodisation, donc une immersion dans un bain à solution acide dans lequel on impose un courant DC. Les milieux chimiques les plus utilisés sont l'acide phosphorique, l'acide chromique, l'acide sulfurique et l'acide borique-sulfurique. Les traitements par anodisation permettent de créer une couche d'oxydation (~400nm) avec une structure en forme de nid d'abeille, nettement plus solide et poreuse que celle des deux méthodes du paragraphe précédent. Ceci donne les meilleures propriétés de mouillabilité de surface et une interface très stable avec l'adhésif. Ils doivent être précédés par une étape de dégraissage et de désoxydation chimique. En industrie, on applique souvent un apprêt par la suite pour protéger le traitement par anodisation. Pour avoir plus de détails sur les recettes spécifiques des traitements de désoxydation et d'anodisation en fonction de la composition chimique de l'alliage à coller, le lecteur peut consulter l'ouvrage de Wegman. Inutile de mentionner ici à quel point ce type de traitement est laborieux et dispendieux. Ce genre de méthode de préparation a été développé de façon très spécifique pour le milieu aéronautique, afin de répondre à leurs exigences sévères (et essentielles) en terme de chargement, durabilité environnementale, légèreté et facteur de sécurité. Ils ont également été optimisés pour aller de pair avec les propriétés chimiques et mécaniques des époxyes rigides (monocomposants) utilisés dans cette industrie. Or, dans la majorité des

applications industrielles à usage général, ces traitements complexes ne sont pas nécessaires [7].

V.2.2.Acier

Malgré leur intérêt commercial et les nombreux recherches effectuées, les traitements de surface des aciers avant collage sont toujours aléatoire, parce qu'ils dépendent des compositions et structures variées des aciers, qu'il sont discutés et contesté par les recherches, et qu'ils sont difficiles à réaliser car les oxydes de fer sont toujours fragiles et non adhérents, Les différents traitements de surface existant pour l'acier sont :

- Le sablage qui consiste à poncer la surface à encoller au moyen de revêtements abrasifs, Il faut ensuite prendre soin de nettoyer la surface pour se débarrasser des particules abrasives.
- Le décapage chimique qui consiste à une immersion pendant 5 min à 23°C dans un bain qui contient de l'acide nitrique et l'acide phosphorique avec une eau ionisée, suivi finalement par un rinçage ceci produit une surface exempte de dépôt d'oxyde de fer [6].

VI. Adhésifs nanorenforcés

Les nanocomposites polymères fabriqués à partir d'une dispersion efficace de nanocharges (nanoparticules, nanofibres, nanotubes, etc.) dans une matrice polymère (thermoplastique ou thermodurcissable) ont été proposés comme un outil puissant pour générer de nouveaux matériaux multifonctionnels aux propriétés mécaniques, physiques et chimiques améliorées. En raison de leur petite taille et de leur grande surface, les nanoreforts métalliques pourraient fournir une combinaison unique de propriétés, qui ne sont pas possibles pour les charges conventionnelles avec des tailles dans la gamme micrométrique. Il est particulièrement important de parvenir à une bonne répartition de la nanocharges dans le polymère, afin d'obtenir les augmentations de propriétés recherchées, sans perte d'autres caractéristiques du nanocomposite (c'est-à-dire la transformabilité) en raison de la forte tendance à l'agrégation des particules [4].

Le développement et la commercialisation de nanoparticules telles que les nanoargiles, les nanotubes de carbone (CNT) ou les nanofibres (CNF), les nanoparticules inorganiques et autres, offrent de nouvelles possibilités pour adapter les adhésifs à l'échelle nanométrique. En raison de la grande surface spécifique des particules nanométriques, seules de petites quantités sont nécessaires pour provoquer des changements significatifs dans les

propriétés résultantes des adhésifs nanocomposites. Il pourrait fournir une nouvelle génération d'adhésifs structuraux avec une combinaison de propriétés thermiques, électriques ou thermomécaniques qui offrent également une durabilité environnementale plus élevée en raison de leur faible absorption d'eau et de leurs propriétés de vieillissement améliorées. Le potentiel des nanocharges pour les formulations adhésives est prometteur, et leurs effets, la plupart basés sur les interactions chimiques et physiques développées entre la surface des nanoparticules et la résine aux interfaces matrice-renforcement, peuvent être classés dans les groupes suivants:

VI.1. Propriétés

VI .1. 1. Propriétés mécaniques

De nombreuses nouvelles applications d'adhésifs structuraux (c'est-à-dire des applications de transport telles que l'industrie aéronautique) nécessitent des matériaux stables dans des conditions de service qui impliquent des environnements à haute température, en plus d'être résistants aux défaillances résultant des vibrations et de la fatigue. L'ajout de nanocharges aux formulations adhésives de base augmente généralement leur module et leur résistance mécanique. Cependant, l'objectif principal dans ces cas est d'augmenter la ténacité à la rupture sans perte de caractéristiques adhésives. La recherche sur l'amélioration de la ténacité à la rupture des polymères cassants (c'est-à-dire les thermodurcissables) à l'aide de nanoreforts est très prometteuse. Bien que la ténacité de ces résines cassantes soit généralement augmentée au moyen de l'ajout de charges de caoutchouc, d'autres propriétés mécaniques sont généralement dégradées. Par exemple, l'amélioration de la ténacité des résines époxy en incorporant des nanocharges (c'est-à-dire des NTC) dans le système de résine a été rapportée par de nombreux chercheurs. La participation de nouveaux mécanismes de consommation d'énergie de rupture générés par l'interaction entre les fissures et les nanocharges (déflexion des fissures, pontage des fissures, arrachement des fibres, etc.) est considérée comme responsable de l'effet de durcissement associé à l'ajout de nanoreforts [4].

Gojny et al. ont publié un aperçu dans « Composites Science and Technology » sur l'influence des nanocharges sur la ténacité à la rupture des résines époxydes cassantes et les mécanismes micromécaniques associés. Ces auteurs considèrent que les mécanismes de trempe participent à deux niveaux dimensionnels différents :

- 1) les mécanismes micromécaniques, tels que la déflexion des fissures au niveau des agglomérats, l'épinglage des fissures, l'émoussement des fissures et l'extension de la zone de déformation plastique et,
- 2) les mécanismes nano-mécaniques, tels que l'interface décollement, retrait et pontage de fissures avec la participation de la structure nanométrique des NTC [4].

VI.1.2. Propriétés électriques

En relation avec les propriétés électriques, l'un des domaines d'application les plus intéressants est l'incorporation de nanotubes de carbone ou de nanofibres de carbone comme charges dans des adhésifs conducteurs électriques. L'objectif est d'améliorer les performances des adhésifs conducteurs par rapport aux produits courants. Une augmentation de la conductivité électrique est observée dans ces types de nanocomposites avec une augmentation du contenu en CNT ou CNF, montrant un comportement de percolation clair. Les conductivités de la plupart des composites développés montrent des magnitudes inférieures aux matériaux comme le cuivre. Les valeurs des seuils de percolation dépendent du type de nanorenforcement, étant plus faibles dans le cas du CNT que pour le CNF. La méthode de dispersion a également une influence dramatique sur les conductivités des nanocomposites, à la fois pour l'efficacité de la dispersion et pour l'effet de la méthode de dispersion appliquée (agitation mécanique, ultrason, calandrage, etc.) sur l'intégrité de la nanorenforcement. Les processus de dispersion énergétique élevée peuvent endommager les nanocharges en diminuant leur rapport d'aspect, ce qui affecte le comportement de percolation [4].

VI.1.3. Propriétés thermiques et stabilité thermique

La stabilité thermique est l'une des propriétés les plus importantes des nanocomposites polymères pour des applications potentielles en tant que composants fonctionnels ou structurels à des températures élevées. La stabilité thermique et le comportement de dégradation des nanocomposites ont été étudiés par plusieurs chercheurs. Par exemple, Sarathi et al. ont montré que l'ajout de nanoargiles (c'est-à-dire des organo-montmorillonites) dans l'époxy augmente la température de déviation de la chaleur jusqu'à un pourcentage critique de la nanoargile dans l'époxy, environ 5% en poids au-dessus duquel elle atteint un état stationnaire. L'ajout de nanoargiles améliore également la stabilité thermique en réduisant, par rapport à l'époxy non renforcé, la perte de poids mesurée lors d'une analyse thermogravimétrique. Les températures de décomposition des nanocomposites ont

généralement augmenté avec l'augmentation du contenu des nanocharges, ce qui indique que la décomposition thermique de la matrice est retardée par la présence de la nanorenforcement.

Ces résultats peuvent être attribués à l'effet de barrière physique, ayant des preuves expérimentales que non seulement les nanoargiles mais aussi les NTC entravent la propagation des réactions de décomposition dans les nanocomposites [4].

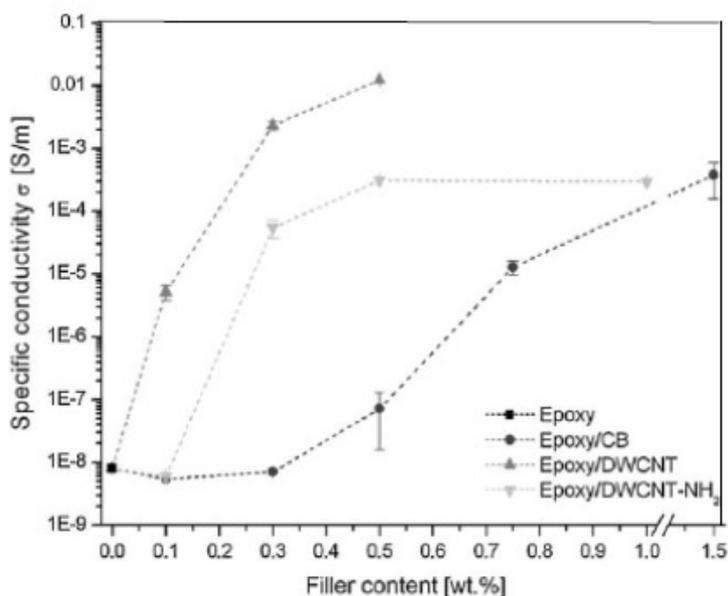


Figure 20 : Conductivité électrique des nanocomposites en fonction du type et du contenu de la charge [4].

VI.2. Adhésifs renforcés avec des nanoparticules inorganiques

La plupart des bibliographies trouvées sur l'ajout de nanocharges dans les adhésifs sont principalement basées sur des adhésifs époxy. Comparés à d'autres adhésifs, les époxydes produisent des joints avec une résistance élevée au cisaillement et d'excellentes propriétés de fluage. La résistance au délaminage et l'impact des joints époxy sont cependant relativement faibles. En raison de leurs bonnes propriétés, ces adhésifs sont fréquemment utilisés dans des applications à haute responsabilité où leur coût relativement élevé n'est pas aussi pertinent. On s'attend à ce que les avantages obtenus par l'ajout de la charge nanométrique relativement coûteuse compensent l'augmentation du prix de l'adhésif. En fait, l'ajout de nanocharges dans les adhésifs époxy pourrait améliorer les principales faiblesses des joints époxy, telles que leur résistance et leur ténacité. De plus, il devrait augmenter la conductivité électrique de ces résines, passant de l'isolateur aux matériaux conducteurs. Ceci est particulièrement intéressant car les adhésifs époxy sont fréquemment utilisés pour joindre des métaux et des composites

renforcés de fibres de carbone. Les deux sont des conducteurs électriques et il sera très rentable que leur joint conserve ce comportement électrique, en utilisant un adhésif conducteur électrique.

Lanlan Zhai et ses collaborateurs ont publié plusieurs recherches sur l'effet de l'addition de nanoparticules d'alumine dans des adhésifs époxy, analysant leur résistance à l'arrachement sur l'acier. Certains des résultats extraits sont montrés sur la figure 21.a, ainsi qu'une micrographie électronique à balayage des nanoparticules d'alumine ajoutées (Fig. 21.b) et une image de la surface époxy nanorenforcée capturée par microscopie électronique à transmission (Fig.21.c) [8].

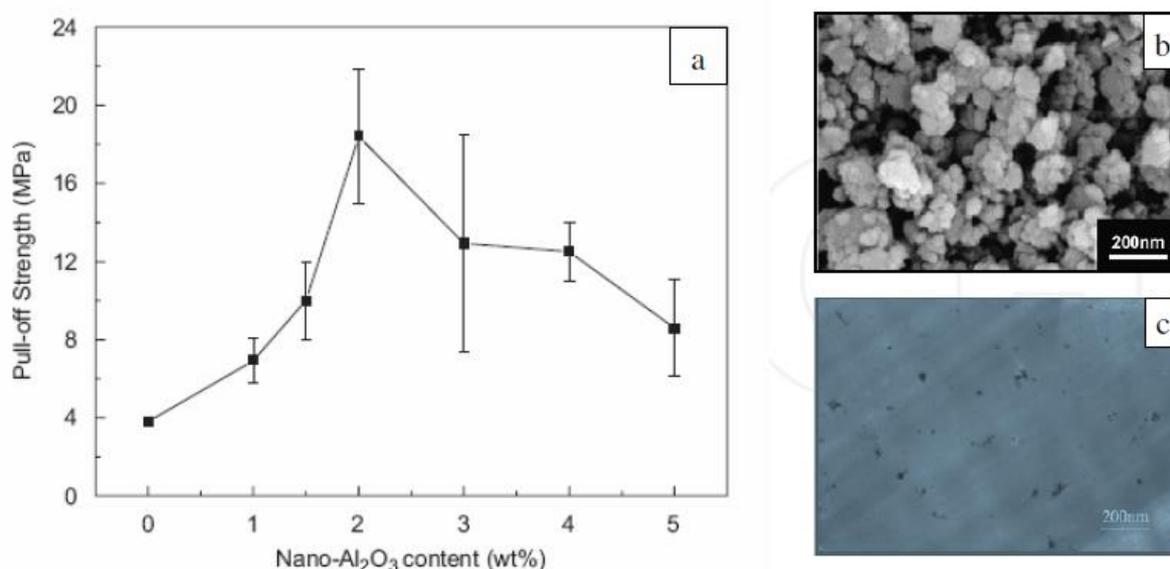


Figure 21 : (a) Effet de la teneur en additifs de nano-alumine sur la force d'adhérence, (b) micrographie MEB de nanoparticules d'alumine, (c) micrographie TEM de la surface époxy nanorenforcée [8].

Lanlan Zhai et al. ont publié une étude comparative sur l'efficacité de différents types de nanoparticules inorganiques sur l'adhésivité des adhésifs époxy. Ils ont notamment utilisé des nanoparticules d'Al₂O₃ (dont le diamètre moyen était de 80 nm), de nano-CaCO₃ (de 40 à 80 nm de diamètre) et de nano-SiO₂ (dont la taille était de 10 à 20 nm de diamètre). Ces nanocharges ont été ajoutées à 2% en poids par rapport à la masse adhésive époxy. Des feuilles d'acier à faible teneur en carbone ont été utilisées comme adhérents, qui ont été abrasées avec différents papiers en carbure de silicium, polies jusqu'à une planéité optique et

enfin dégraissées et séchées. Comme le montre la figure 22, la force d'adhérence, mesurée par un test d'adhérence par arrachement, des adhésifs époxy incorporant trois types de nanoparticules a été considérablement améliorée par rapport à un adhésif époxy pur. L'augmentation la plus élevée est obtenue par l'adhésif renforcé de nanoparticules d'alumine, de 3,4 à 18,4 MPa, tandis que la résistance de l'adhésif époxy modifié au nano- CaCO_3 était autant que celle du système modifié au nano- SiO_2 , pas plus de 12 MPa [9].

L'augmentation de la force d'adhérence par l'ajout de nanocharges dans les adhésifs implique un ancrage plus fort associé aux modifications des propriétés physiques et chimiques des adhésifs modifiés. Les différentes améliorations trouvées en fonction de la nature des nanoparticules peuvent être attribuées aux propriétés chimiques des nanoparticules, qui peuvent avoir une influence sur l'interaction chimique des surfaces de l'acier et des adhésifs époxy, produisant des liaisons chimiques à l'interface et donc améliorant la force d'adhérence.

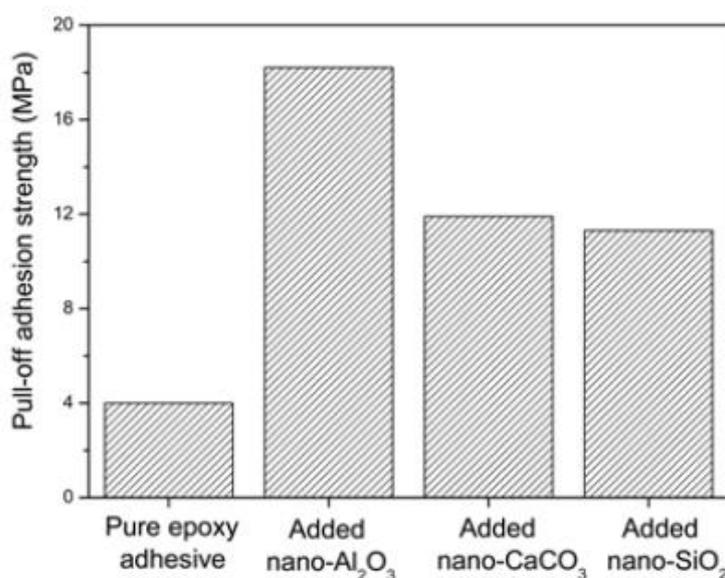


Figure 22 : La force d'adhérence à l'arrachement des adhésifs époxy renforcés avec différentes nanoparticules inorganiques [9].

VI.3. Adhésifs renforcés avec des nanotubes de carbone

Les nanotubes de carbone (CNT) sont l'une des charges nanométriques qui ont généré une attente plus élevée. Les NTC, composés d'une couche de graphène (SWCNT) ou de plusieurs couches de graphène (MWCNT), sont une nouvelle forme de carbone cristallin. L'intérêt croissant de ces matériaux est associé à leurs propriétés spectaculaires et nouvelles théoriquement attendues. Indépendamment du type de nanotube et de son diamètre, la valeur

du module d'élasticité plane doit atteindre le rapport ne pour le graphite, qui est de 1,06 TPa. Sa limite d'élasticité est encore inconnue, bien qu'elle doive également être similaire à celle calculée pour le graphite, qui est estimée à environ 130 GPa. La résistance mécanique des MWCNT a pu être mesurée par microscopie à force atomique, donnant des valeurs autour de 14 GPa [10].

Du fait de leur très faible diamètre et malgré leur grande rigidité, les nanotubes de carbone présentent une très grande flexibilité, se pliant totalement réversible jusqu'à 110° d'angle critique pour SWCNT. En plus de leurs propriétés mécaniques, les nanotubes présentent des propriétés physiques très intéressantes. Ils ont un caractère électrique métallique et semi-conducteur, des propriétés d'émission de champ et une conductivité thermique élevée, entre autres. Par conséquent, ces matériaux ont été largement étudiés en tant que nanocharges dans la fabrication de composites, en utilisant différents matériaux matriciels, polymères, céramiques et métaux. Comme il a été dit ci-dessus, la recherche pour améliorer la ténacité à la rupture des thermodurcissables fragiles en utilisant la nanotechnologie est très prometteuse [10].

VI.4. Adhésifs renforcés de nanofibres d'alumine

La poudre de fibre d'alumine à l'échelle nanométrique est généralement produite par l'explosion d'électrons d'un fil métallique, apparaissant comme des nanofibres isolées linéaires et mélangées en un faisceau. Ces nanofibres sont généralement minces (2 - 4 nm de diamètre) avec un rapport d'aspect très élevé (20 - 80) et donc une surface élevée (300 - 700 m² / g). Le module d'Young des nanofibres d'alumine est de 300 GPa et leur résistance à la traction est de 2 GPa. Les fibres ont des propriétés de sorption uniques, des propriétés de chimisorption cationiques et anioniques, telles que l'élimination des métaux précieux et lourds de l'eau. L'ajout de nanofibres d'alumine dans les adhésifs époxy entraîne une légère augmentation du décollement et de la résistance des joints des substrats en aluminium. Cependant, l'effet de la nanorésistance des adhésifs époxy avec des fibres de nano-alumine sur la ténacité des joints composites fibre de carbone / époxy varie considérablement en fonction du mode de fabrication appliqué, selon que l'adhésif a été collé au composite ou co-durci avec le pré imprégné. Gilbert et al ont publié un travail intéressant sur l'effet des nanofibres d'alumine dans ces systèmes. La figure 23 montre certains des résultats obtenus [11].

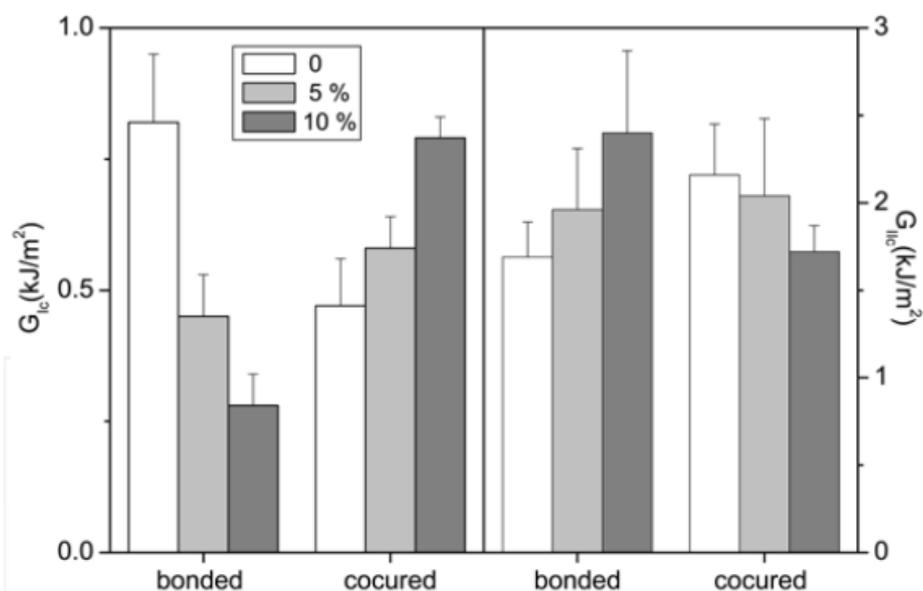


Figure 23 : Effet de la teneur en nanofibres d'alumine sur la ténacité à la rupture en mode I et en mode II des adhésifs co-durcis avec et liés à des préimprégnés de fibres de carbone / époxy haute performance [11].

VI.5. Adhésifs renforcés de nanofibres de carbone

Les nanofibres de carbone (CNF), cultivées par dépôt de carbone en phase vapeur, présentent généralement des diamètres de l'ordre de 20 à 200 nm et des longueurs très différentes de 10 à 100 μm . Leur module d'Young axial estimé est compris entre 100 et 1 000 GPa, selon la configuration des nanofibres. Ce paramètre est particulièrement sensible à l'angle d'inclinaison de la coque. Les nanofibres à petits angles d'inclinaison forment la direction axiale présentent une rigidité beaucoup plus élevée que celles à grands angles d'inclinaison. La résistance mécanique des CNF se situe généralement autour de 2,5 et 3,5 GPa. Il est connu que les propriétés mécaniques attendues des nanofibres de carbone sont inférieures à celles correspondant aux nanotubes de carbone. Cependant, les nanofibres ont généralement une longueur plus élevée et elles sont également moins chères que les NTC. La longueur élevée des nanofibres est un aspect important pour les utiliser comme nanocharges structurelles. Plusieurs recherches ont démontré que le durcissement efficace peut ne pas être énergétiquement favorable à l'échelle nanométrique, étant généralement des longueurs de remplissage nécessaires supérieures à 100 nm. Il a été vérifié que les composites renforcés de fibres longues peuvent arrêter efficacement la propagation des fissures, ce qui détermine la résistance du matériau et la ténacité à la rupture. Cependant, les charges courtes peuvent ne pas avoir cet effet positif sur les propriétés mécaniques du composite [12].

VII. Tests mécaniques usuels « Essais d'adhérence »

Il existe une panoplie de tests standardisés et d'articles scientifiques couvrant les essais expérimentaux sur les joints collés. D'ailleurs, on peut consulter tout un chapitre de l'ASM Metal Handbook — Volume 8 à ce sujet. Les auteurs insistent sur le fait «qu'il n'y a pas autres domaines des matériaux où le testage est aussi important que celui des adhésifs» Le bureau de l'ASTM, quant à lui, a créé en 1944 un comité complètement dédié à cette classe des matériaux (D14 — Adhésives). Il est aussi possible de trouver une équivalence à la majorité de ces tests dans la norme ISO.

Cette section tente de démêler les tests les plus couramment rencontrés en industrie et en recherche pour ensuite évaluer les avantages et désavantages de chaque méthode. Bien que les centaines de tests retrouvés dans les normes et dans la littérature couvrent les essais de résistance en chargement mono tonique, en fluage, en fatigue, à la dégradation chimique ou environnementale, aux impacts, aux vibrations, et sous autres configurations spécifiques, ce mémoire se concentre sur les joints typiques soumis à des chargements quasi statiques pouvant être testés avec une presse à traction uniaxiale. Ils sont catégorisés par les 4 configurations principales présentées à la figure 24 [13].

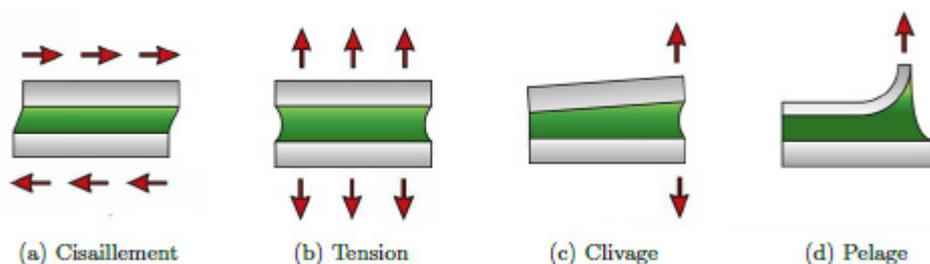


Figure 24 : Modes de sollicitations mécaniques d'un joint structurel [5].

VII.1. Essai de tôles à recouvrement en cisaillement

Cette configuration de joint, communément appelée lap shear en anglais, est de loin la plus populaire du fait qu'on se rapproche au mieux des joints retrouvés dans la pratique. Sa zone de recouvrement permet d'avoir une plus grande aire de contact par rapport à la grosseur des adhérents utilisés et l'alignement des pièces à l'assemblage est plus facilement contrôlable. Pour ces raisons, on peut produire des éprouvettes à faibles coûts. Cette configuration peut prendre plusieurs formes, mais les trois les plus fréquemment utilisées pour

tester les joints en aluminium sont illustrées à la figure 25. Dans tous les cas, on calcule leur résistance en cisaillement en divisant la force de traction par l'aire de recouvrement [5].

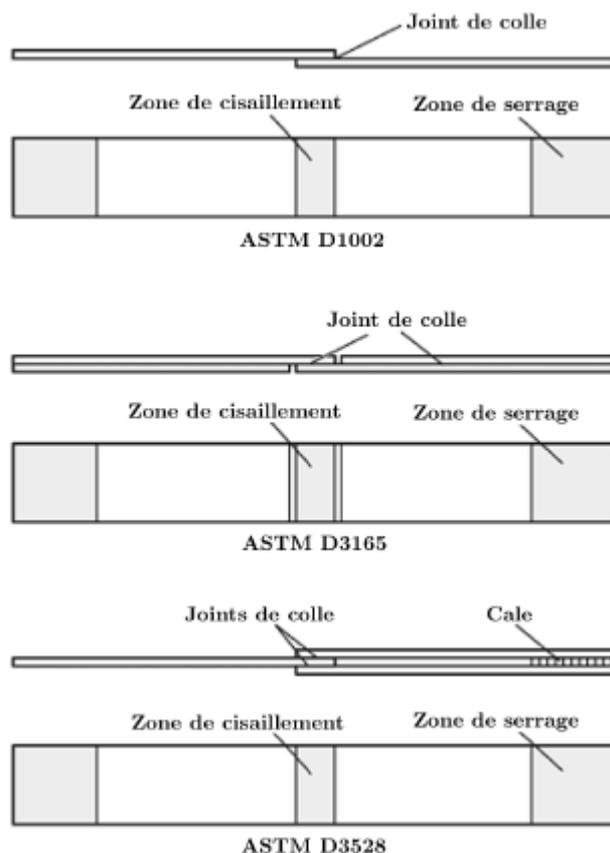


Figure 25 : Essais ASTM à recouvrement de tôles en cisaillement ; adaptée de la source [5].

Le joint en cisaillement à simple recouvrement (ASTM D1002) est le plus commun, toutes industries confondues. C'est d'ailleurs à partir de ce test que l'on retrouve les données de résistance en cisaillement dans la majorité des fiches techniques des adhésifs structuraux. Bien qu'il soit populaire et simple à produire, il comporte un défaut majeur. Par sa configuration asymétrique, chacun des adhérents se trouve à être placé de façon excentrique par rapport à la direction longitudinale du chargement. Ce décalage crée des moments de flexion tout au long du joint, en s'intensifiant aux bords libres de la zone de recouvrement. Le joint cherche donc à se réaligner avec la charge et la rotation engendrée fait évoluer l'orientation de chargement, en transférant de plus en plus les forces parallèles au joint (cisaillement) en forces perpendiculaires (tension hors plan).

La figure 26 illustre très bien ces effets. Cette combinaison de forces génère des contraintes de pelage, connues comme étant les plus néfastes pour un joint. De plus, le saut de section de matériau (adhérent - recouvrement) génère des concentrations de contraintes, entraînant la plastification locale aux extrémités du joint, et ce, même à de faibles charges. L'épaisseur de collage et des adhérents, tout comme le rapport de la rigidité adhésif adhérent, peuvent changer la proportion de contraintes en cisaillement versus en tension. Dans plusieurs cas avec l'aluminium, les contraintes en pelage dominant et deviennent l'élément déclenchant la défaillance du joint. Le nom « joint en cisaillement » est alors inapproprié pour le type SLS et peut fausser l'interprétation des résultats. Pour cette raison, l'ASTM a justement créé une norme dédiée à cette catégorie de joint, la D4896, expliquant en détail les aspects pouvant nuancer l'utilisation des résultats [5].

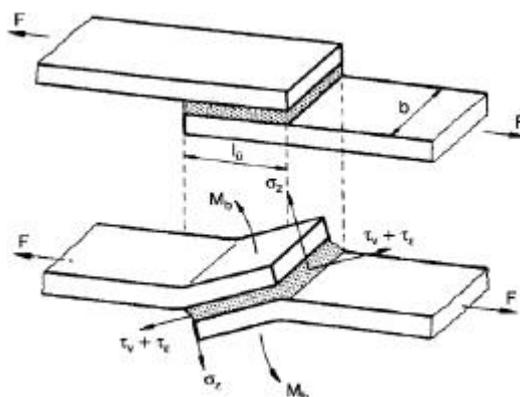


Figure 26 : Effets de pelage causés par la rotation du joint SLS sous une charge en traction ;
Tiré du livre de Habenicht [5].

VII.2. Essai de tension

Bien que la configuration de joint en tension soit à éviter dans la pratique, il peut être pertinent de mesurer et comparer la performance d'adhésifs en tension, car il arrive dans bien des cas que l'origine de la défaillance d'un joint soit causée par une concentration de contraintes en tension. Les configurations ASTM D987 et D2095 utilisant des adhérents alignés bout à bout (Fig.27) sont dédiés à cet usage. L'éprouvette D2095 est généralement privilégiée pour des essais de comparaison, car l'aire de collage est plus faible (0,5 po²) et la géométrie des éprouvettes est plus simple à usiner [5].

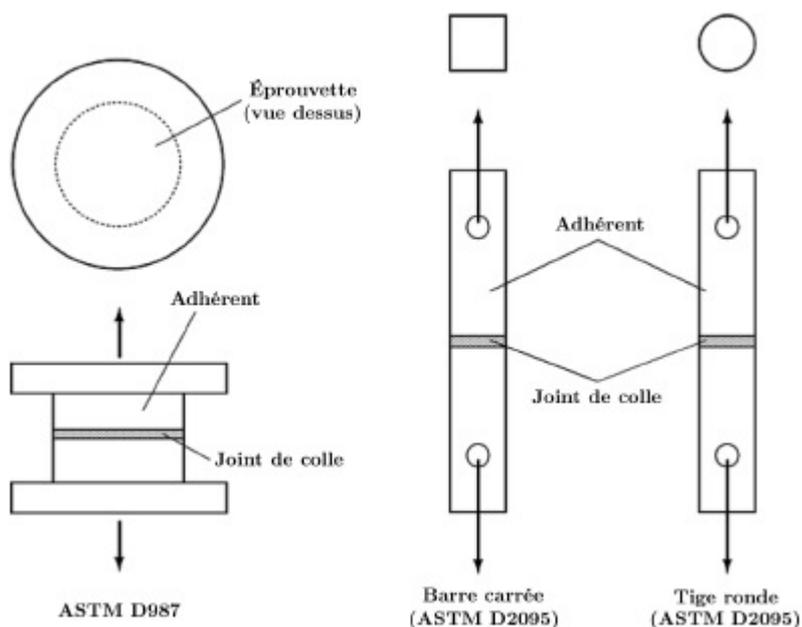


Figure 27 : Essais ASTM à configuration en tension ; adaptée de la source [5].

Même si la configuration en tension « pure » est souvent très résistante, parfois même plus qu'en cisaillement, il faut faire attention avec ce genre de test. Le moindre désalignement des adhérents peut provoquer une concentration de contraintes en clivage, causant une rupture prématurée de l'éprouvette. Une norme additionnelle a été publiée, l'ASTM D2094 [12], pour spécifier certaines tolérances de parallélisme en fabrication et du montage expérimental pour réduire ces effets. Pour comparer les résultats, on utilise la contrainte moyenne en tension, soit la charge axiale divisée par l'aire de section. Il faut toutefois prendre garde de ne pas utiliser cette valeur moyenne comme valeur directe pour les calculs de prédiction de joints collés, car même si la géométrie de l'éprouvette cylindrique a une forme simple à disposition axisymétrique, la distribution de contrainte n'est pas uniforme. Finalement, les essais en tension ont tendance à être sensibles au débordement de colle (bavures), alors un usinage de l'éprouvette peut être nécessaire une fois le joint fabriqué [14].

VII.3. Essai en clivage ou en pelage

Les essais de clivage se rapportent à une configuration soumise à une contrainte d'ouverture en tension avec des adhérents très rigides et ceux en pelage sont réservés aux essais avec un ou des adhérents flexibles. Tous deux comportent un état de contraintes complexe et se quantifient plutôt par une force d'ouverture par unité de largeur du joint (N/m) ou par l'énergie à retenir la fissuration cohésive de l'adhésif (J/m²).

Les géométries de clivage sont typiquement comme à la figure 28. L'échantillon compact (ASTM D1062) est souvent utilisé pour des essais comparatifs de systèmes d'adhésifs, tandis que le clivage-pelage (D3807) peut aussi servir à obtenir des propriétés de mécanique de rupture. Il est généralement recommandé de ne pas comparer les résultats d'un essai de pelage à un autre qui s'écarte à un détail près de la géométrie ou la procédure de référence [15].

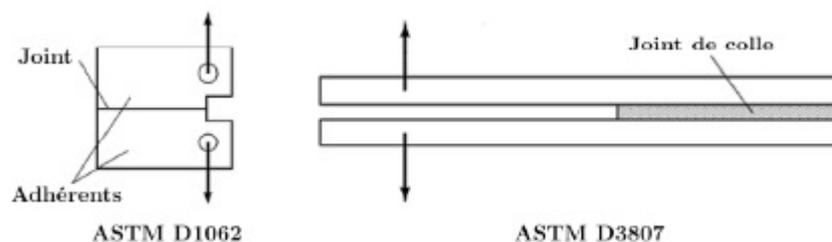


Figure 28 : Essais ASTM à diverses configurations en clivage ; adaptée de la source [16].

Essais ASTM à diverses configurations en clivage ; adaptée de la source peuvent prendre plusieurs formes et leur montage est généralement plus complexe à fabriquer que les autres tests ASTM. Leur mécanisme de rupture s'amorce dès le début de l'essai, bien souvent par une fissure initiée manuellement avec une lame de rasoir. En plus de dépendre des propriétés des matériaux, la force de pelage dépend fortement de son angle et sa vitesse de traction. En raison de sa complexité, l'état de contrainte dans un joint de pelage ne peut être calculé par simple mécanique linéaire, car de la plastification et des grandes déformations doivent être considérées, autant dans l'adhésif que dans les adhérents [16].

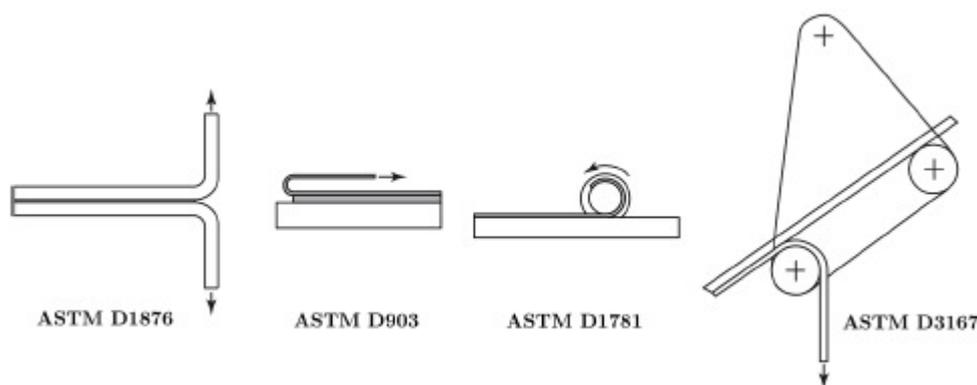


Figure 29 : Essais ASTM à diverses configurations en pelage ; adaptée de la source [16].

Références bibliographiques

- [1] SAMUEL GIRARD ÉTUDE EXPÉRIMENTALE ET MODÉLISATION DE JOINTS COMPOSITES COLLÉS, RIVETÉS ET HYBRIDES AVRIL 2016.
- [2] Marie-pierre FOULC, José ALCORTA. DURABILITE DES ASSEMBLAGES PAR COLLE.
- [3] Jean-Baptiste Sauvage. Caractérisation et modélisation de l'adhérence dans les assemblages collés. Génie chimique. Université de Haute Alsace - Mulhouse, 2016. Français.
- [4] Nano reinforced Adhesives Silvia G. Prolongo, María R. Gude and Alejandro Ureña *University Rey Juan Carlos Spain*.
- [5] Bruno Leduc. MÉTHODE D'ÉVALUATION D'ASSEMBLAGES INDUSTRIELS EN ALUMINIUM LIÉS PAR ADHÉSIFS STRUCTURAUX.
- [6] W. Brockmann, P.Geiß, J. Klingen, K. Schröder, et B. Mikhail, *Adhesive Bonding: Materials, Applications and Technology*. John Wiley & Sons, 2008. ISBN9783527318988.
- [7] R. D. Adams, J. Comyn, et W. Wake, *Structural Adhesive Joints in Engineering*. Springer, 1997. ISBN 9780412709203
- [8] Damien Laporte. Analyse de la réponse d'assemblages collés sous des sollicitations en dynamique rapide. Essais et modélisations. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2011. Français.
- [9] Zhai, L.; Ling, G.; Li, J. & Wang, Y. (2006). The effect of nanoparticles on the adhesion of epoxy adhesive. *Materials Letters*, 60, 25-26, (November 2006) 3031-3033, ISSN 0167-577X.
- [10] Zhai, L.; Ling, G. & Wang, Y. (2008). Effect of nano-Al₂O₃ on adhesion strength of epoxy adhesive and steel. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 28, 1-2, (January 2008) 23-28, ISSN 0143-7496.
- [11] Wong, E.W.; Sheehan, P.E. & Lieber, C.M. (1997). Nanobeam mechanics: elasticity, strength, and toughness of nanorods and nanotubes. *Science*, 277, 5334, (September 1997) 1971-1975, ISSN 0036-8075.
- [12] Gilbert, E.N.; Hayes, B.S. & Seféris, J.C. (2003). Nano-alumina modified epoxy based film adhesives. *Polymer Engineering and Science*, 43, 5, (May 2003) 1096-1104, ISSN 0032-3888.

[13] R. D. Adams, J. Comyn, et W. Wake, *Structural Adhesive Joints in Engineering*, Springer, 1997. ISBN 9780412709203.

[14] S. Joannès, "Caractérisation mécanique et outil d'aide au dimensionnement des collages structuraux," *Science et génie des matériaux*, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007.

[15] ASTM Standard D2094-00 (2006), "Standard practice for preparation of bar and rod specimens for adhesion tests." West Conshohocken, PA : ASTM International, 2006."

[16] K. DeVries et P. Borgmeier, "Testing of adhesive joints," dans *ASM Metal Handbook*, H. Kuhn et D. Medlin, éditeurs. ASM International, 2000, vol. 08, p. 998, ISBN 978-0- 87170-389-7.

Chapitre III

Généralités sur la mécanique de la rupture

I. Aperçu historique sur la rupture

Eviter la rupture n'est pas en soi une idée nouvelle : les concepteurs des structures de l'Égypte des pharaons ou ceux de l'empire romain nous ont laissé des édifices que l'on peut encore contempler (pyramides, ponts ...). Les matériaux utilisés avant la révolution industrielle étaient cependant limités pour l'essentiel au bois de construction, à la pierre ou à la brique et au mortier. La brique et le mortier sont relativement fragiles lorsqu'ils sont utilisés en traction. Pour ces raisons, toutes ces structures anciennes (pyramides, ponts romains...) qui ont su résister au temps, étaient chargées en compression - en fait, toutes les structures de l'époque précédant la révolution industrielle étaient conçues pour des chargements en compression. Il a fallu attendre la révolution industrielle au début du 19^e siècle, avec l'utilisation de l'acier, pour pouvoir enfin concevoir des structures capables de résister à des charges de traction. La comparaison des anciens ponts romains avec les ponts modernes de structure métallique montre bien que les premiers étaient effectivement chargés en compression alors que les seconds le sont plutôt en traction [1].

L'utilisation de nouveaux matériaux ductiles (acier et autres alliages métalliques) pour des chargements en traction conduisit cependant à quelques problèmes. Des ruptures se produisaient parfois pour des niveaux de charges bien inférieurs à la limite d'élasticité. Dans un premier temps, ces risques de rupture ont été réduits en surdimensionnant les structures. Mais cette solution devint insatisfaisante compte tenu des nécessités d'une part d'alléger de plus en plus les structures, et d'autre part de réduire les coûts. La recherche en mécanique de la rupture devait donc être développée [1].

Les premiers essais de rupture ont été menés par Léonard de Vinci (1452-1519) bien avant la révolution industrielle : il a montré que la résistance à la traction d'un fil de fer variait inversement avec la longueur de ce fil. Ce résultat suggérait déjà que les défauts contenus dans le matériau contrôlaient la résistance de celui-ci : plus le volume est important (fil de fer long) plus la probabilité de présence de fissure est importante.

Cette interprétation qualitative fût précisée plus tard en 1920 par Griffith qui établit une relation directe entre la taille du défaut et la contrainte de rupture. S'appuyant sur les travaux d'Inglis, Griffith appliqua l'analyse des contraintes autour d'un trou elliptique à la propagation instable d'une fissure. Il formula ainsi à partir du premier principe de la thermodynamique, une théorie de la rupture : un défaut devient instable et conduit à la rupture lorsque la variation d'énergie liée à une propagation du défaut atteint l'énergie spécifique du matériau. Cette théorie prédit correctement la relation entre la contrainte de rupture et la taille

du défaut dans les matériaux fragiles. Cependant, dans les matériaux ductiles et notamment dans les alliages métalliques, l'avancée d'un défaut s'accompagne d'une importante dissipation d'énergie due à la plastification qui se développe à l'extrémité d'une fissure, énergie dont la théorie de Griffith ne tient pas compte (puisqu'elle ne considère que l'énergie de création de surface). Il a fallu attendre les travaux d'Irwin en 1948 pour que l'approche de Griffith soit applicable aux matériaux ductiles : Irwin inclut dans le bilan énergétique, l'énergie due à la plastification [1].

La mécanique de la rupture passa du stade de curiosité scientifique à celui d'une discipline scientifique largement utilisée dans l'ingénierie de la construction, après l'expérience des bateaux de la liberté. Le principe de conception de ces bateaux avec une coque entièrement soudée remporta un grand succès jusqu'au jour où l'un de ces navires se fissura en deux parties dans les eaux froides entre la Sibérie et l'Alaska. Une dizaine d'autres navires sur les 2700 en service, subirent ensuite le même sort. Les analyses des causes de rupture montraient que celles-ci provenaient de la combinaison de trois paramètres :

- les joints de soudures contenaient des fissures,
- la plupart de ces fissures qui conduisaient à la rupture, se développaient à partir de zones de forte concentration de contrainte,
- l'acier de construction utilisé pour ces bateaux, qui convenait pour les assemblages par rivetage (puisqu'il n'y avait pas de risque pour une fissure de traverser toute la coque), avait une faible ténacité.

Dès l'instant où la cause des ruptures était clairement identifiée, des plaques en acier de meilleure ténacité furent fixées près des zones de forte concentration des contraintes pour arrêter la propagation des fissures. On développa ensuite des aciers de forte ténacité et on améliora le procédé de soudage ; c'est dans ces années après guerre qu'un groupe de chercheurs dirigé par Irwin étudia en détail le problème de la rupture au laboratoire national de recherche de la marine américaine.

Irwin considéra que les outils fondamentaux pour étudier la rupture existaient et proposa en 1948, une extension de l'approche de Griffith aux matériaux ductiles en y incluant le terme de dissipation d'énergie due à l'écoulement plastique près des extrémités d'une fissure. Il développa ensuite en 1956 le concept de taux de restitution d'énergie à partir toujours de la théorie de Griffith mais sous une forme facilement exploitable par les concepteurs de structures. En 1957, s'appuyant sur les travaux de Westergaard sur l'analyse des champs de déplacements et de contraintes élastiques près de l'extrémité d'une fissure sous

chargement donné, Irwin montra que ces déplacements et ces contraintes pouvaient être décrits à l'aide d'un paramètre unique défini en liaison avec le taux de restitution d'énergie. Ce paramètre issu de la mécanique linéaire de la rupture, est le facteur d'intensité des contraintes (FIC).

Les nouveaux concepts de la mécanique de la rupture furent ensuite utilisés pour montrer que la plupart des ruptures dans les fuselages d'avions étaient dues à des fissures de fatigue qui atteignaient une taille critique (accidents avions Comet en 1954). Ces fissures prenaient naissance près des hublots dans les coins qui constituent des zones de forte concentration des contraintes. Les ruptures qui se produisaient dans les essieux d'engins roulants ou encore dans les rotors des turbines à vapeur furent aussi expliquées grâce à l'application de ces nouveaux concepts. Le concept de FIC fut également utilisé par Paris et Erdogan pour décrire la propagation des fissures de fatigue : les courbes de propagation de ces fissures remplacèrent peu à peu les courbes d'endurance ; ce qui permit une meilleure prédiction des durées de vie des structures [1].

La période entre 1960 et 1980 vit une intensification des recherches sur la rupture avec deux écoles concurrentes. D'un côté, les tenants de l'approche par la mécanique linéaire de la rupture et de l'autre, les partisans de la plastification développée à l'extrémité d'une fissure. La mécanique linéaire de la rupture cesse d'être valable lorsqu'une plastification importante précède la rupture. Pour tenir compte de l'effet de cette plastification sur les champs de contraintes et de déplacements à l'extrémité d'une fissure, plusieurs auteurs (Irwin, Dugdale et Barenblatt ...) proposèrent une « correction de zone plastique » : la taille de la fissure est alors augmentée de cette zone plastique pour retrouver les champs de contraintes élastiques décrits par le FIC [1].

Wells, un des représentants de la deuxième école, proposa en 1961 le déplacement à fond de fissure - ou CTOD « Crack Tip Opening Displacement » - comme paramètre alternatif dans le cas de plastification importante (comme par exemple, pour les matériaux très ductiles), à la mécanique linéaire de la rupture et plus précisément au concept de FIC. Plus tard, Hutchinson, Rice et Rosengren (HRR) développèrent un nouveau paramètre appelé intégrale J pour mieux décrire la répartition des contraintes dans les zones plastifiées (champ HRR). Begley et Landes caractérisèrent la ténacité à l'aide du paramètre J et développèrent une procédure standard pour l'utilisation de cette intégrale dans des cas pratiques. Shih et Hutchinson proposèrent également une méthodologie pour utiliser l'intégrale J non seulement pour décrire la ténacité mais aussi pour la relier à la taille du défaut et au champ des

contraintes appliquées. Shih établit par la suite la relation existant entre l'intégrale J et le CTOD [1].

Si les recherches en mécanique de la rupture sont restées centrées entre 1960 et 1980 sur l'effet de la plastification, elles se sont ensuite orientées vers l'étude des comportements viscoplastique et/ou viscoélastique. Le premier type de comportement se rencontre à température élevée, lorsque les phénomènes de fluage deviennent importants, alors que le second type caractérise les matériaux polymères - de plus en plus utilisés dans l'industrie. L'apparition des nouveaux matériaux composites nécessita également l'utilisation des concepts de la mécanique linéaire de la rupture pour la description du comportement de ces matériaux [1].

Plus récemment, de nouvelles approches tentent de relier le comportement local à l'échelle microscopique au comportement global lors de la rupture d'un matériau. Ces approches micro-macro deviennent parfois nécessaires lorsqu'on atteint les limites d'utilisation des approches plus classiques [1].

II. Mécanique de la rupture

II.1 Mécanique linéaire et non linéaire de la rupture

Selon le comportement du matériau durant la propagation d'une fissure, on peut être confronté à deux types de ruptures : rupture fragile, en l'absence de déformation plastique significative (mécanique linéaire de la rupture) et rupture ductile, en présence de déformation plastique non négligeable (mécanique non linéaire de la rupture) [2].

Lorsque la rupture d'un matériau est fragile on observe généralement un site d'amorçage unique sur un défaut à partir duquel se propage une fissure principale par clivage jusqu'à la rupture de la pièce. Lors d'une rupture fragile, le comportement macroscopique du métal reste élastique. La rupture ductile dans le cas des métaux est un mécanisme d'endommagement très différent de la rupture fragile. C'est d'abord un mécanisme qui se produit lorsque le métal est macroscopiquement en plasticité. De nombreuses cavités se développent sur des défauts. Ensuite, du fait de la déformation plastique, ces cavités grossissent puis coalescent. La rupture se produit par coalescence de microfissures ou de cavités.

La mécanique de la rupture se propose de décrire les étapes d'amorçage et de propagation de la fissuration. La mécanique linéaire de la rupture s'applique aux matériaux ayant un comportement élastique obéissant à la loi de Hooke. Même si des corrections liées à

la présence d'une zone plastifiée près d'une zone de concentration de contraintes (entaille, fissure) ont été proposées par la suite, ces analyses reposant sur l'hypothèse que la plasticité reste confinée ne sont valables que pour des structures dont le comportement est globalement élastique [2].

En mécanique linéaire élastique de la rupture, deux principaux critères de rupture sont utilisés, le premier proposé par Griffith (1920) est basé sur une approche énergétique, le second par Irwin (1960), est défini à partir du champ local de contraintes à la pointe de la fissure [2].

II.2 Notions fondamentales de la mécanique de la rupture

La mécanique de la rupture a été introduite par Griffith vers 1920. L'objectif de la mécanique de la rupture est de caractériser le comportement à la fissuration des structures à l'aide des paramètres quantifiables au sens de l'ingénieur, notamment le champ de contraintes, la taille de la fissure et la résistance à la fissuration du matériau. Les premiers développements théoriques d'analyse des champs de déplacements, déformations et contraintes au voisinage d'une fissure ont été entrepris par Westergaard vers 1940. L'extension de la discipline a été amorcée par Irwin vers 1960 [3].

Depuis cette date, le développement de la mécanique de la rupture s'étend aux problèmes non linéaires matériellement et géométriquement, aux problèmes de bifurcation des fissures en modes mixtes et plus récemment aux composites, aux techniques numériques de résolution et à l'état de l'art relatif au dimensionnement de diverses structures complexes. La rupture par fissuration est la création d'une surface de discontinuité. Elle est le terme ultime d'un essai de traction et quelquefois la seule réaction à un essai de déformation. La mécanique des solides aborde les problèmes de calcul de structures où l'on parle d'un élément de volume dont les dimensions sont de 1 mm et de structure pour 10 à 103 mm. Dans ce domaine, on traite du problème de la 'rupture par fissuration'. Lorsqu'il s'agit de la mécanique de la rupture fragile, la rupture se produit par clivage sans prévenir, le plus souvent sans déformation plastique, et les morceaux peuvent se réassembler parfaitement. Elle est soit intercrystalline, soit intra-cristalline. Le clivage est le mécanisme de déformation qui met en jeu la rupture des liaisons atomiques dans le plan dense dans lequel doit se produire la déformation. Il s'agit de considérer que les liaisons atomiques se comportent l'une après l'autre plutôt que toutes en même temps, en formant un trou qui s'agrandit : on dit que la fissure se propage [3].

Ce mécanisme ne présume pas d'une parfaite cristallisation du matériau. De fait, le clivage intervient aussi bien dans les matériaux parfaitement cristallisés que dans les matériaux partiellement cristallisés comme nombre de polymères, ou essentiellement amorphes comme le verre [3].

Le mécanisme de rupture par fissuration peut intervenir selon deux types de fissuration [4] :

- **La fissuration brutale** : pour les solides, ou pour les matériaux à très haute résistance, les contraintes de travail sont très élevées, une énergie potentielle considérable est ainsi créée ; la présence de petites fissures peut alors conduire à une rupture brutale qui souvent ne s'accompagne pas de déformations plastiques macroscopiques par suite de la très faible ductilité.
- **La fissuration successive** : il s'agit ici, d'une succession de mécanismes (fragile ductile) qui, sous contraintes répétées, entraîne la fissuration successive, appelée la rupture par fatigue.

Les facteurs qui influencent le comportement à la rupture par fissuration des matériaux sont de deux natures : métallurgique et mécanique. Les facteurs mécaniques concernent l'état de déplacements, déformations et contraintes, ainsi que les conditions d'environnement tel que la température ou le taux d'humidité relative [5].

II.2.1 Modes de rupture

La théorie de fissuration décrit le comportement des solides ou structures présentant des discontinuités linéiques dans les milieux considérés comme bidimensionnels (plaques, coques), discontinuité surfaciques dans les milieux tridimensionnels et permet de prévoir son évolution jusqu'à la rupture complète de la structure [4].

Localement, la rupture est caractérisée par la séparation irréversible d'un milieu continu (Ω) en deux parties distinctes. On définit alors une fissure comme étant la surface géométrique (S) de séparation (Fig.1) [5].

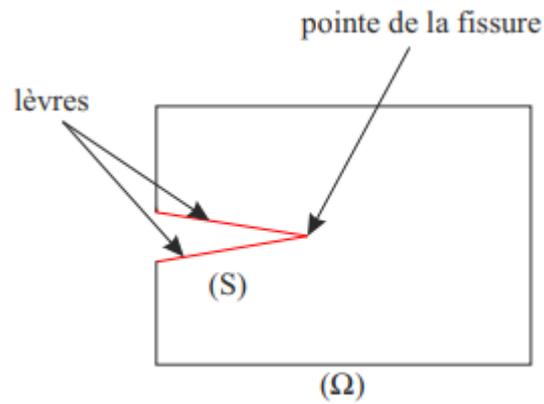


Figure 1 : Fissure dans un milieu continu [4].

La forme de la discontinuité du champ de déplacements à travers cette surface définit alors trois modes de rupture (Fig.2) [4] :

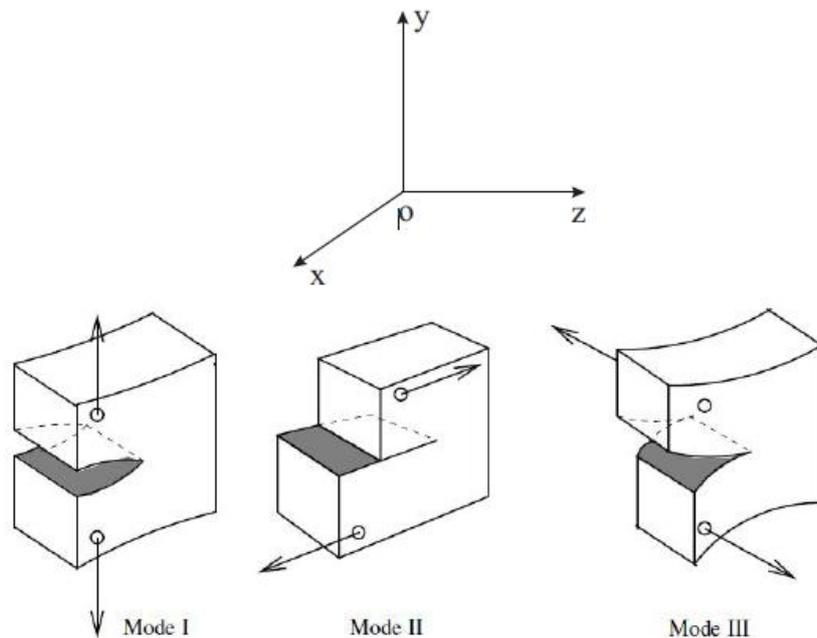


Figure 2. Modes de sollicitations d'une fissure [4]

- **Mode I :** un déplacement unique suivant Oy correspond à un problème plan particulier, désigné par le mode I. Ce mode est, le plus souvent, le plus dangereux. il s'apparente au déplacement produit par une dislocation rectiligne coin parallèle au front de la fissure.

- **Mode II** : il est engendré par un cisaillement dans le plan de la fissure et parallèle à l'axe O_x . Il s'apparente au déplacement produit par une dislocation rectiligne coin parallèle au front de la fissure.
- **Mode III** : il est produit par un cisaillement anti plan, situé dans le plan de la fissure Oxz parallèle à l'axe Oz . il s'apparente au déplacement produit par une dislocation vis parallèle au front de la fissure [4].

Dans un matériau homogène soumis à une contrainte uni-axiale, l'effort se transmet d'un atome à l'autre en suivant des lignes de force qui sont parallèles (Fig.3.b). Dans un matériau qui possède une entaille, les lignes de force doivent contourner cette entaille, ce qui conduit à une concentration de ces lignes au voisinage de la pointe de l'entaille, donc une concentration de la contrainte dans cette région, appelée tête ou pointe de fissure [4].

La mécanique de la rupture étudie l'interaction entre la discontinuité géométrique (fissure) et le milieu continu avoisinant, ainsi que l'évolution de cette discontinuité. D'un point de vue mécanique, on peut distinguer schématiquement, dans un milieu fissuré, trois zones successives (Fig.3).

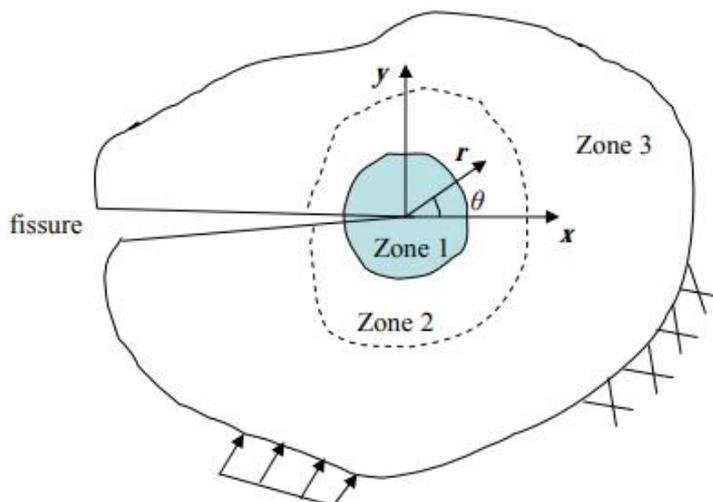
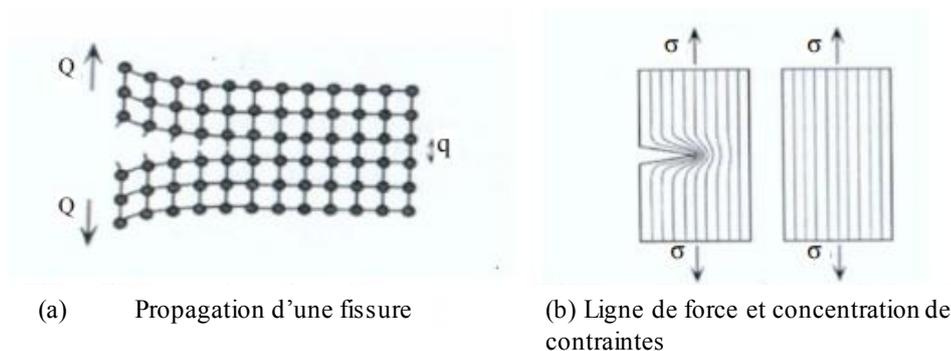


Figure 3 : Zone délimitant le voisinage d'une pointe de fissure [5].

- **La zone d'élaboration 1** : elle se trouve à la pointe de fissure et dans le sillage laissé par la fissure au cours de sa propagation. L'étude de cette zone est très complexe à cause des contraintes importantes qui ont fortement endommagé le matériau. Elle est discontinue au sens de la mécanique des solides. La théorie classique de la mécanique de la rupture réduit cette zone à un point pour les problèmes plans et à une courbe pour les problèmes tridimensionnels [5].
- **La zone singulière 2** : dans laquelle les champs de déplacements, déformations et contraintes sont continus et possèdent une formulation indépendante de la géométrie lointaine de la structure. On démontre que dans cette zone, les composantes de champ de contraintes sont infinies au voisinage du front de fissure ($r \rightarrow 0$) [5].

Plus exactement, la singularité est en $(1/\sqrt{r})$ en milieu élastique linéaire. Le matériau ayant une limite élastique, il existe un rayon r_p autour de la pointe de fissure qui détermine la

forme de la zone plastique. En fonction de la valeur de rp , on dira que la rupture est fragile pour rp petit et qu'elle est ductile pour rp grand. Cette distinction sur la base du paramètre rp est très importante car elle conditionne la validité de la théorie utilisée [5] :

- La Mécanique Linéaire de la Rupture pour les ruptures fragiles
- La Mécanique Non Linéaire de la Rupture dans le cas de zone plastique non négligeable (rupture ductile).

- **La zone 3 extérieure** comprenant les champs lointains se raccordant d'une part, à la zone singulière, et d'autre part aux conditions aux limites en charges et en déplacements. Dans cette zone, les champs de déplacements, déformations et contraintes varient peu et peuvent être approximés par des polynômes communément utilisés dans la méthode des éléments finis [5].

Diverses méthodes d'analyse permettent d'étudier les champs de déplacements, déformations et contraintes au voisinage d'une fissure. On regroupe l'ensemble de ces méthodes sous deux types d'approches :

- Approches directes : qui sont fondées sur l'utilisation des fonctions d'Airy ; ces approches résolvent des problèmes plans et font appel à la recherche de fonctions analytiques. En particulier dans notre étude, nous avons utilisé l'expansion de Williams qui est basée sur ce type d'approches.
- Approches énergétiques : qui sont basées sur l'analyse énergétique du milieu continu contenant une fissure. il s'agit d'un bilan énergétique global intégrant le taux de restitution d'énergie dû à un accroissement virtuel de la fissure [5].

II.2.2 Paramètres pour étudier la zone singulière

En général, trois paramètres peuvent être utilisés pour étudier les caractéristiques de la zone singulière : le facteur d'intensité de contrainte, K , le taux de restitution d'énergie, G , et l'intégrale J . K est le paramètre de l'approche locale directe. G et J sont les paramètres de l'approche énergétique globale.

II.2.2.1 Facteur d'intensité de contrainte

Introduits par Irwin en 1957, les facteurs d'intensité de contraintes correspondent à des cinématiques particulières du mouvement des fissures. Dans le cadre de la mécanique linéaire de la rupture, les contraintes et les déformations au voisinage d'une fissure admettent un développement asymptotique dont le terme singulier s'écrit [6] :

$$\begin{cases} \sigma_{ij} = K_{\alpha} \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{\alpha}(\theta) \\ \varepsilon_{ij} = K_{\alpha} \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} g_{ij}^{\alpha}(\theta) \end{cases} \quad \alpha = 1, 2, 3 \quad (1)$$

K_{α} est le Facteur d'Intensité des Contraintes (FIC) en mode α , avec $\alpha=I, II$ ou III . Les fonctions f et g donnent la répartition angulaire ; leurs expressions en contraintes et déformations planes. Lorsque l'on se trouve en mode I pur, l'état local de contraintes et de déformations peut être caractérisé à l'aide du seul paramètre K_I [7].

Les FIC caractérisent la force de la singularité du champ des contraintes à l'extrémité de la fissure. Ils sont proportionnels aux discontinuités des déplacements des lèvres de la fissure, et ne dépendent que de la répartition des efforts extérieurs et de la géométrie de la fissure [6].

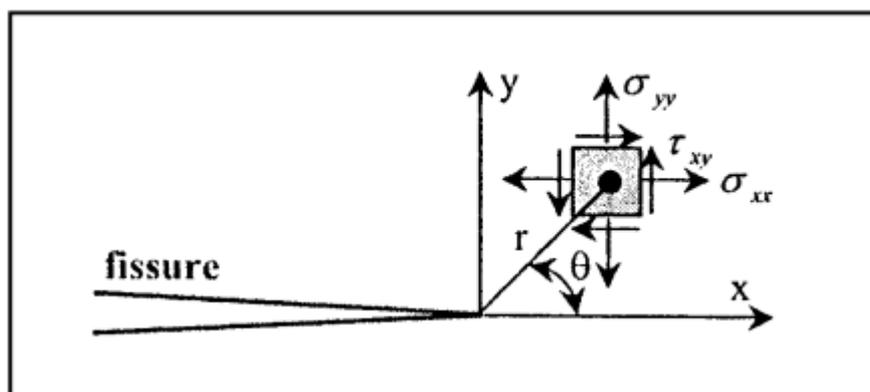


Figure 4 : Détermination des axes (x, y) et des coordonnées (r, θ) au voisinage de l'extrémité d'une fissure [8].

Il suggère que la fissure devient instable et se propage lorsque le facteur d'intensité de contraintes K_I atteint une valeur critique K_{IC} appelée ténacité qui caractérise quantitativement la résistance d'un matériau à la propagation brutale d'une fissure en mode I. Il énonça ainsi le critère de contrainte par la relation [8] :

$$K_{IC} = \sigma_c \cdot Y \cdot \sqrt{a} \quad (2)$$

Y : Représente un coefficient de forme, c'est une fonction géométrique de l'éprouvette et de la longueur de fissure, il est donné pour les principales pièces par des tables. Dans le cas de la flexion trois points :

$$Y = 1.93 - 3.07\left(\frac{a}{W}\right) + 14.53\left(\frac{a}{W}\right)^2 - 25.11\left(\frac{a}{W}\right)^3 + 25.80\left(\frac{a}{W}\right)^4 \quad (3)$$

a. Calcul des facteurs d'intensité de contrainte

Les facteurs d'intensité des contraintes s'expriment en fonction du champ des contraintes au voisinage de la fissure, et ce champ de contraintes étant parfaitement accessible numériquement, ce calcul ne devrait pas poser de problèmes à priori. Pourtant, nous allons voir qu'une bonne précision sur ces facteurs est difficile à obtenir. Il existe un bon nombre de solutions ; la méthode la plus couramment utilisée consiste à ramener le problème traité à une suite de problèmes déjà résolus dont les solutions sont connues. Le principe utilisé est toujours celui de superposition des solutions qui, bien évidemment, résulte de l'élasticité linéaire [6].

a.1 Principe de superposition

Supposons un solide bidimensionnel fissuré soumis à différents efforts : charges ou moments imposés. Si la solution n'existe pas, il est possible de décomposer le problème en deux parties [7].

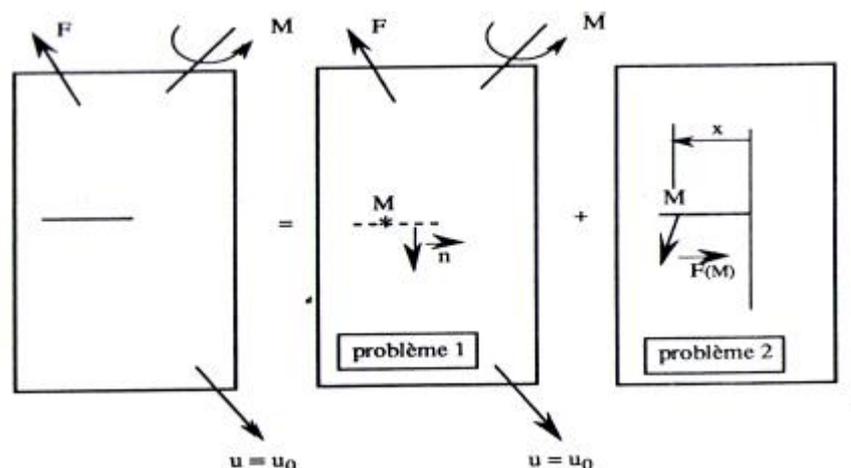


Figure 5 : Application de la méthode de superposition [7].

On cherche tout d'abord la solution du problème sans fissure avec les mêmes conditions aux limites (problème 1). Cela permet de connaître, en tout point, la distribution des contraintes et des déformations. A tout point M , sur les lèvres de la fissure, on associe une force $F(M)$ telle que [7] :

- $F_I(M)$: Force normale au plan de la fissure
- $F_{II}(M)$: Force dans plan et parallèle au plan de la fissure.
- $F_{III}(M)$: Force normale au plan du problème.

On ajoute alors la solution du problème 2 qui est le suivant. Avec des conditions aux limites de déplacements ou de forces nulles sur le contour extérieur : trouver le facteur d'intensité de contrainte pour une fissure soumise à un chargement $F(M)$.

La solution de ce problème peut être connue pour certaines formes particulières de la fonction $F(M)$; par exemple $F(M)$ constant, linéaire, parabolique.

On peut alors approcher la fonction $F(M)$ par un polynôme

$$F(M) = A_0 + A_1x + A_2x^2 + \dots$$

Où x est la distance du point M à la pointe de fissure considérée. Cela conduit à une solution de la forme $A_0K_{I0} + A_1K_{I1} + A_2K_{I2}$ où K_{I0}, K_{I1}, K_{I2} sont les solutions pour les distributions élémentaires $F(M) = 1, x, x^2$, respectivement.

Une autre méthode de résolution consiste à rechercher la valeur de KIx produite par une force unité, placée à une distance x de l'extrémité de la fissure. Pour une distribution Fx , On peut alors écrire :

$$K_I = \int_{\text{fissure}} F(x)K(x) dx \quad (4)$$

La fonction $K(x)$ s'appelle fonction de poids.

a.2 Solution de Muskhelishvili

Le système qui est considéré ici. Il s'agit d'un panneau "infini", contenant une fissure de longueur $2a$ selon l'axe x_1 , et sollicité en traction uniforme selon l'axe x_2 . Dans la pratique, un modèle de ce type pourra être raisonnablement utilisé dès lors que les dimensions de la fissure seront de 10 à 20 fois plus faibles que celle de la plaque. Il existe une solution analytique exacte de ce problème, sur l'axe $x_2 = 0$, en supposant un état de contraintes planes [7]:

$$\text{Si } x_1 \geq a \quad \begin{cases} \sigma_{22} = \sigma_{\infty} / (1 - (a/x_1)^2)^{1/2} \\ \varepsilon_{22} = \left(\frac{\sigma_{\infty}}{E}\right) \left(v + \frac{1-v}{(1 - (a/x_1)^2)^{1/2}}\right) \end{cases} \quad (5)$$

$$\text{Si } 0 < x_1 < a \quad [u_2] = 2u_2 = \left(\frac{4a\sigma_{\infty}}{E}\right) (1 - (a/x_1)^2)^{1/2}$$

La formule du déplacement u_2 sur la frontière de la fissure montre que l'ouverture des lèvres de la fissure est représentée par une ellipse. Le changement de variable $x_1 = a + r$ montre qu'il existe au voisinage de la pointe de fissure une singularité en $r^{1/2}$ lorsque r tend vers 0.

$$\sigma_{22} \propto \sigma_{\infty} (a/2r)^{1/2} \quad (6)$$

a.3 Solution asymptotique de Westergaard

Le problème précédent peut également être abordé en introduisant la "fonction d'Airy" $\psi(x_1, x_2)$ telle que : $\sigma_{11} = \psi_{,22}$; $\sigma_{22} = \psi_{,11}$; $\sigma_{12} = \psi_{,12}$. Les équations d'équilibre sont alors automatiquement vérifiées.

En élasticité linéaire, le report de ces égalités dans les conditions de compatibilité $2\varepsilon_{12,12} = \varepsilon_{11,11} + \varepsilon_{22,22}$ conduit à chercher ψ comme solution de l'équation bi harmonique $\Delta\Delta\psi = 0$. Ce problème se résout par la méthode des fonctions complexes. On obtient ainsi la solution asymptotique au voisinage de la pointe de fissure. Irwin a montré que le premier terme du développement limité est le même, à un facteur multiplicatif près, pour tous les problèmes correspondant à un mode d'ouverture donné. La sollicitation d'une fissure linéaire dans un milieu plan perpendiculairement à son axe correspond au mode I ; on introduit ainsi le facteur d'intensité de contrainte en mode I, K_I tel que [7]:

$$K_I = \lim_{r \rightarrow 0} (\sigma_{22} \sqrt{2\pi r}) \quad (7)$$

b. Analyse asymptotique

On considère un matériau homogène et isotrope dont le comportement est élastique linéaire. On note λ et μ ces coefficients de Lamé, E son module d'Young, κ constante de Kolosov et ν son coefficient de Poisson. Les phénomènes étudiés seront bidimensionnels [7].

On donne les résultats correspondant successivement aux modes I, II, III et mode mixte.

Où r et θ sont les coordonnées polaires d'un point P par rapport au front de fissure (Fig.6). Ainsi la singularité du champ de contraintes est connue dès que l'on connaît l'expression des FIC [7].

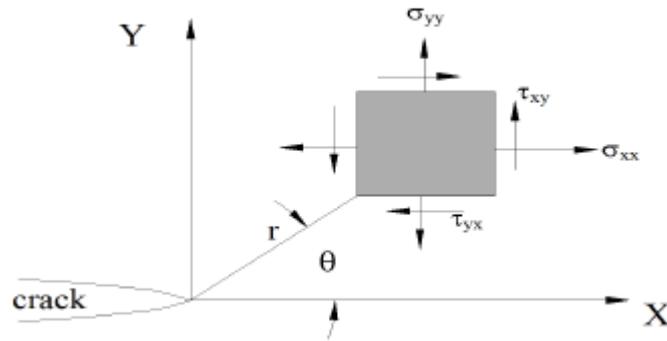


Figure 6 : Champ des contraintes au voisinage de la fissure [7].

Mode I :

➤ Contrainte

$$\begin{aligned}\sigma_{xx} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{yy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{xy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(\sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{zz} &= \nu(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}), \text{ en déformation plane} \\ \sigma_{zz} &= 0, \text{ en contrainte plane}\end{aligned}\tag{8}$$

➤ Déplacement

$$\begin{aligned}u_x &= \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} \left(\kappa - 1 + 2\sin^2 \frac{\theta}{2} \right) \\ u_y &= \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left(\kappa + 1 - 2\cos^2 \frac{\theta}{2} \right) \\ \kappa &= 3 - 4\nu, \text{ en déformation plane} \\ \kappa &= \frac{3-\nu}{1-\nu}, \text{ en contrainte plane}\end{aligned}\tag{9}$$

Mode II➤ **Contrainte**

$$\begin{aligned}\sigma_{xx} &= \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \left(-\sin \frac{\theta}{2}\right) \left(2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}\right) \\ \sigma_{yy} &= \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \left(\sin \frac{\theta}{2}\right) \left(\cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}\right) \\ \sigma_{xy} &= \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \left(\cos \frac{\theta}{2}\right) \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}\right) \\ \sigma_{zz} &= \nu(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}), \text{ en déformation plane} \\ \sigma_{zz} &= 0, \text{ en contrainte plane}\end{aligned}\tag{10}$$

➤ **Déplacement**

$$\begin{aligned}u_x &= \frac{K_{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left(\kappa + 1 + 2\cos^2 \frac{\theta}{2}\right) \\ u_y &= \frac{K_{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left(-\cos \frac{\theta}{2}\right) \left(\kappa - 1 - 2\sin^2 \frac{\theta}{2}\right)\end{aligned}\tag{11}$$

Mode III➤ **Contrainte**

$$\begin{aligned}\sigma_{xz} &= \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \left(-\sin \frac{\theta}{2}\right) \\ \sigma_{yz} &= \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2}\end{aligned}\tag{12}$$

➤ **Déplacement**

$$u_z = \frac{2K_{III}}{\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \quad (13)$$

II.2.2.2 Taux de restitution d'énergie

Au cours de ses travaux sur la théorie de la rupture fragile, Griffith a introduit le taux de restitution d'énergie, noté G correspondant à l'énergie libérée au cours de la propagation d'une fissure dans un solide parfaitement élastique. Selon Griffith, la rupture intervient au moment où une énergie suffisante est restituée pour la création de nouvelles surfaces de rupture. Cette énergie provient de l'énergie élastique stockée dans le matériau et de l'énergie potentielle du système de chargement. Griffith considère un solide d'une épaisseur B , soumis à un chargement F , comportant une fissure de longueur $2a$. L'énergie libre totale du corps fissuré est égale à [9] :

$$U = U_0 + U_s + U_E - W \quad (14)$$

Où : U_0 : est l'énergie de déformation du corps non fissuré ; U_s : est l'énergie de surface due à la formation de la fissure ; U_E : est la variation d'énergie de déformation élastique due à l'introduction de la fissure et W : est la variation du travail externe. En fonction de l'énergie totale, Griffith a exprimé un critère de rupture sous la forme :

$$\frac{dU}{da} < 0 : \text{Fissure est instable (rupture fragile)}$$

$$\frac{dU}{da} = 0 : \text{Fissure est en équilibre}$$

$$\frac{dU}{da} > 0 : \text{Fissure est stable (rupture ductile)}$$

L'énergie U_0 est indépendante de la fissure ; U_E et W sont fonctions du mode de chargement.

L'énergie de surface U_S est égale à $\frac{4a}{h} \cdot \gamma_0$; où γ_0 est l'énergie superficielle. Le taux de

restitution d'énergie est défini par :

$$G = \frac{1}{B} \frac{\partial(U_E - W)}{\partial a} \quad (15)$$

Le paramètre G est représenté par l'aire entre les deux courbes $P = f(\Delta)$ correspondant aux fissures de longueur a et $a + da$. Si l'on considère un accroissement de la fissure d'une longueur da , pour un déplacement constant, on peut alors observer une diminution de la charge ΔP comme l'indique la figure 7.a. La variation de l'énergie du système est uniquement une diminution de l'énergie de déformation, soit [9] :

$$\delta W = 0 \quad \text{et} \quad \delta U_E = -\frac{1}{2} \Delta \delta P \quad (16)$$

La figure 7.b illustre le même comportement que celui représenté par la figure 3a avec une charge constante. La propagation de la fissure entraîne une augmentation du déplacement $d\Delta$. Dans ce cas, l'énergie de déformation croît de : $(\delta U_E = -\frac{1}{2} \Delta \delta P)$

La variation du travail correspondant est donnée par la relation : $\delta W = P d\Delta$

D'où : $\delta(U_E - W) = \frac{1}{2} P d\Delta$

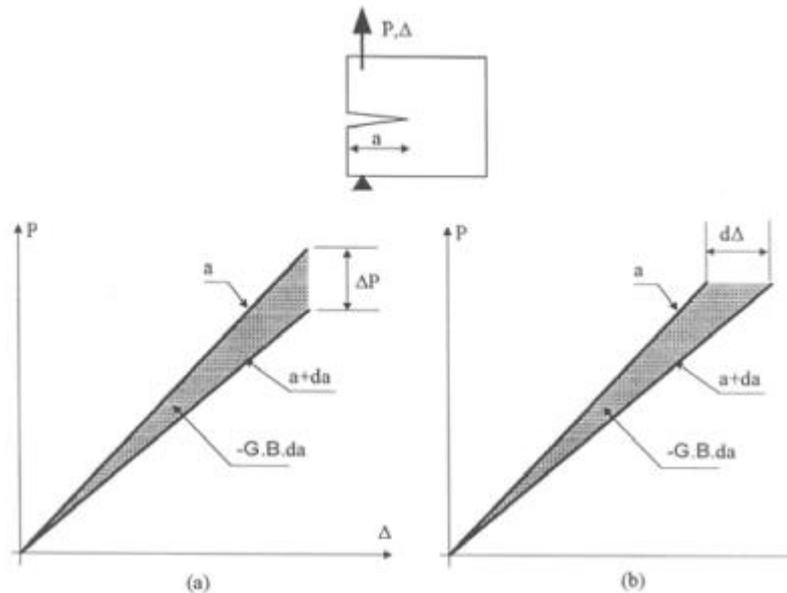


Figure 7 : Interprétation du taux de restitution d'énergie [9].

La rupture se produit lorsque l'énergie totale atteint un optimum. Elle survient, pour une contrainte appliquée donnée lorsque la taille de la fissure tend vers une valeur critique a_c . Dans ce cas, la valeur de l'énergie G correspond au taux de restitution de l'énergie critique (G_c) dont la valeur pour un matériau fragile est égale à deux fois l'énergie superficielle ($G_c = 2\gamma_0$). Dans le contexte élastique linéaire de la mécanique de la rupture, le taux de restitution d'énergie et le facteur d'intensité de contrainte sont liés par la relation de type [9] :

$$G = \frac{K_I^2 + K_{II}^2}{E'} + \frac{K_{III}^2}{2\mu} \quad (17)$$

Avec : $E' = E$ en contrainte plane et $E' = E / (1 + \nu_2)$ en déformation plane ; μ et ν sont respectivement le module de cisaillement et le coefficient de Poisson. Les deux paramètres, facteur d'intensité de contraintes et taux de restitution d'énergie sont essentiels pour la mécanique de la rupture, ils ne sont valides que pour un comportement élastique linéaire. Cependant, en rupture ductile, la prise en compte du comportement réel du matériau est nécessaire pour définir des paramètres représentatifs des phénomènes dissipatifs tels que la plasticité [9].

II.2.2.3 Intégral J

En 1968, Rice propose de quantifier l'énergie liée à une fissure dans un matériau élastique linéaire ou non linéaire par l'intégrale de contour suivante [10] :

$$J = \int_{\Gamma} (W \cdot dy - T \cdot \frac{\partial u}{\partial x} ds) \quad (18)$$

Où :

Γ : un contour fermé quelconque entourant la pointe de fissure (Fig.8),

T le vecteur contrainte ($T_i = \sigma_{ij} n_j$),

u : le vecteur déplacement,

s : l'abscisse curviligne et w : la densité d'énergie de déformation :

$$w = \int \varepsilon_0 \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij} \quad (19)$$

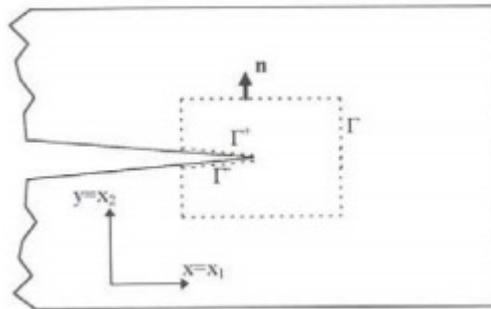


Figure 8. Présence d'une fissure dans un milieu infini [10].

Cette intégrale présente de nombreuses caractéristiques intéressantes :

- D'une part, elle est indépendante du choix du contour d'intégration Γ . En effet, en prenant deux contours d'intégrations distinctes, on montre que la différence des expressions de J correspondante est nulle.
- Rice a montré que J est égale au travail d'ouverture des lèvres lors d'une extension de fissure.

- De même, J est égale à la variation d'énergie potentielle lors de l'extension de fissure. J quantifie l'intensité des champs de contraintes et de déformations en pointe de fissure. Pour un matériau élastique cette intégrale est identique à la grandeur G définie par Griffith. Elle peut être interprétée comme un rapport de l'énergie de déformation élastique par extension de fissure et d'autre part, elle peut être relié au facteur d'intensité de contrainte par la relation suivante [10] :

$$J = \frac{K_I^2 + K_{II}^2}{E'} + \frac{K_{III}^2}{2\mu} \tag{20}$$

Pour un matériau non linéaire dont la loi de comportement est de type Romberg-Osgood.

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^n \tag{21}$$

Où : σ_0 : est la limite élastique, n : est le coefficient d'écrouissage et α : est une constante. Hutchinson, Rice et Rosengren ont défini le champ de contraintes en tête de fissure (champ H.R.R) par [9]:

Où : $\tilde{\sigma}_{ij}$, $\tilde{\varepsilon}_{ij}$ et I_n sont des fonctions exprimées par n et θ . Les champs de contraintes et déformation sont donc directement reliés à l'intégrale J . Des tests de rupture ont été réalisés par Begley et Lands pour la détermination expérimentale de J_c comme paramètre de rupture. Il est à noter que dans le cas d'un matériau élastique linéaire, $J_c = G_c$.

Le paramètre J peut s'exprimer également, lors d'un essai de traction sur éprouvette, à partir de l'aire sous la courbe expérimentale force - déplacement. En effet, cette aire correspond à l'énergie reçue par l'éprouvette. En exprimant alors la variation de cette aire avec une extension de fissure, peuvent apparaître des relations du type [10] :

$$J = \frac{K_I^2}{E^*} + \frac{\eta U}{Bb} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} E^* = E & \text{En contraintes planes} \\ E^* = \frac{E}{1-\nu^2} & \text{En déformations planes} \end{cases} \tag{22}$$

Où U est la composante plastique de l'aire sous la courbe force - ouverture des lèvres de la fissure, B : l'épaisseur, b : la longueur du ligament et K_I le facteur d'intensité de contrainte en mode I. η est une fonction dépendant de la géométrie. Cette propriété est illustrée dans le cas d'un solide soumis à un déplacement imposé (Fig. 9. a) ou un effort imposé (Fig. 9. b) [10].

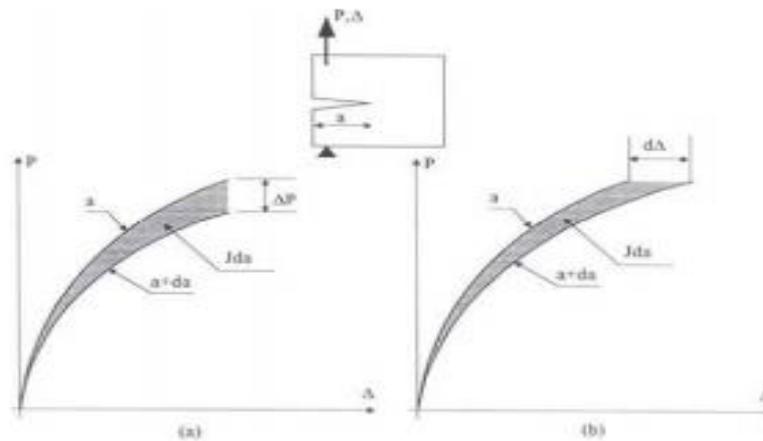


Figure 9 : Interprétation de l'intégrale J [10].

$$J = \int_0^{\Delta} \frac{\partial P(\Delta, a)}{\partial a} d\Delta \quad (23)$$

$$J = \int_0^P \frac{\partial \Delta(P, a)}{\partial a} dP \quad (24)$$

L'ensemble de ces propriétés, numériques et analytiques, explique le statut de quasi-monopole dont dispose l'intégrale J pour la définition de critères d'amorçage et de propagation en mécanique de la rupture non-linéaire [10].

II.3 Propagation des fissures

L'application d'un chargement cyclique (d'amplitude constante ou variable) à une pièce se traduit par l'apparition d'un dommage qui comprend à trois stades (Fig.10) [11].

- **Stade I** : si le chargement est en dessous d'un certain seuil, la fissure ne se propage pas au niveau macroscopique. On réalise dans ce cas l'essai de détermination du seuil

de propagation de fissure. La grandeur considérée est en quelque sorte l'équivalent de la limite de fatigue déterminée sur éprouvette lisse [11].

- **Stade II** : la fissure se propage « le plus souvent » dans un plan perpendiculaire à la direction de l'effort appliqué. L'essai de mesure de vitesse de propagation de fissure se rapporte principalement au régime correspondant au stade II [11].
- **Stade III** : il correspond au cas de chargements élevés pour lesquels une déchirure se produit dans le matériau. Les vitesses de propagation très élevées observées dans ce domaine conduisent rapidement à la rupture de la pièce. Les mesures de vitesses relatives à ce domaine ne sont mises en œuvre que dans le cas de problèmes bien spécifiques [11].

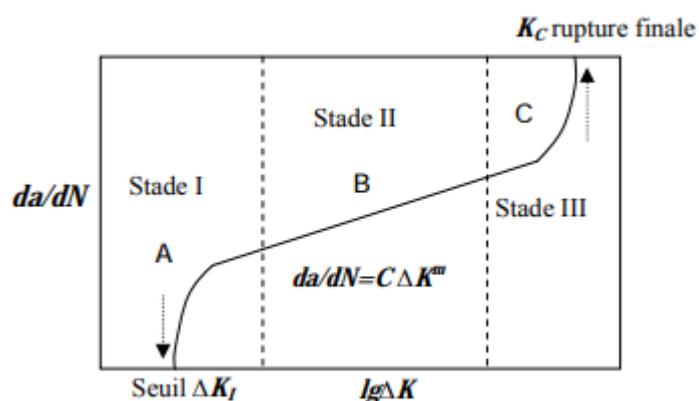


Figure 10 : Trois stades de propagation de fissure [11].

II.3.1 Loi de propagation de fissures

La rupture par fatigue est le phénomène de la fissuration successive d'une fissure sous chargement cyclique passant par les stades décrits auparavant. La compréhension de ce phénomène réside dans l'étude de la vitesse de propagation des fissures par fatigue. Les modèles qui sont proposés pour décrire la propagation d'une fissure devront tenir compte de tous les paramètres qui conditionnent cette propagation dans un matériau donné. Des modèles théoriques reposant sur différentes hypothèses relatives au mécanisme de fissuration ont vu le jour : modèles basés sur la théorie des dislocations, sur le comportement du matériau en pointe de fissure, sur les lois de fatigue oligocyclique etc [12].

Ces modèles ne rendent pas bien compte de toutes les situations de fissuration observées et sont peu aisés à mettre en œuvre, aussi leur préfère-t-on, au niveau du bureau d'étude, l'utilisation de lois empiriques [12].

A partir des concepts de la mécanique de la rupture, Paris et al. se sont livrés à l'analyse suivante : les contraintes au voisinage d'une fissure, au cours d'un cycle de fatigue, sont connues dès que l'on connaît les valeurs minimale K_{min} et maximale K_{max} du facteur d'intensité de contrainte K au cours de ce cycle ; on peut en conclure que tout phénomène se produisant dans la zone du voisinage de la pointe d'une fissure est contrôlé par ces deux paramètres, en particulier la vitesse de fissuration, et on doit avoir [12]:

$$\frac{da}{dN} = f(K_{min}, K_{max}) \quad (25)$$

Si l'on pose
$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (26)$$

$$R_s = \frac{K_{min}}{K_{max}} \quad (27)$$

On obtient :

$$\frac{da}{dN} = f(\Delta K, R_s) \quad (28)$$

En première approximation, on considère une fissure qui se propage sous l'effet d'un programme de charge simple pour lequel R_s est constant, et l'expérience montre que pour la majorité des matériaux métalliques, la loi peut s'écrire sous la forme d'une loi de puissance [11]:

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (29)$$

ΔK : est la variation du facteur d'intensité de contrainte, fonction du chargement ($F_{max} - F_{min}$) ; de la longueur de fissure, de la géométrie globale de la pièce et locale de la fissure. C et m sont deux constantes intrinsèques au matériau. Cette loi est communément appelée la loi de Paris. Elle est d'un intérêt pratique considérable pour l'ingénieur : tout essai

de fissuration donne lieu à un dépouillement qui permet d'obtenir la loi de Paris du matériau [12].

Cette relation n'est applicable que dans les cas où les conditions de la mécanique linéaire de la rupture sont respectées. Elle concerne le stade II de la fissuration. Parmi les paramètres agissant sur la fissuration, la plupart n'ont pas ou peu d'influence. Les paramètres ayant le plus d'influence sont notamment le module d'Young et la corrosion pourvu que la fréquence de la sollicitation soit faible. Les mécanismes de la fermeture de fissure ont été attribués à la fermeture induite par plasticité, qui est provoquée par des déformations plastiques résiduelles dans le sillage d'une fissure en se propageant. Ce phénomène a été étudié la première fois par Elber dans les années 1970, et a introduit de nouveaux concepts dans la propagation de fissure en fatigue. Depuis lors, plusieurs mécanismes de fermeture de fissure ont été identifiés. Elber a trouvé expérimentalement que la propagation de fissure était ralentie par un phénomène de fermeture de fissure dû à une interférence des lèvres se produisant pendant les cycles de chargement. Cet effet de fermeture a été à l'origine du concept d'effectivité, ΔK_{eff} , qui réduit la variation du facteur d'intensité de contraintes, ΔK à une variation effective. Si l'on considère le concept d'Elber, nous pouvons réécrire la loi de Paris comme suit [12]:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K_{eff})^m \quad (30)$$

$$\text{Avec : } \Delta K_{eff} = K_{max} - K_R \quad (31)$$

II.4 Bifurcation de fissure

La direction que va prendre la fissure amorcée peut être déterminée à partir de l'utilisation de la mécanique de la rupture. Depuis les premières études d'Erdogan et Sih sur les fissures inclinées, de nombreux critères de bifurcation de fissures ont été proposés. Tous ces critères ont été établis en considérant un chargement quasi-statique, et la plupart se place en milieu élastique linéaire. De tels critères ne peuvent pas caractériser le phénomène de bifurcation sous chargement de fatigue du fait, en partie, de l'écrouissage de la zone plastique ayant lieu au voisinage de la pointe de fissure [13].

Avant de présenter les critères de bifurcation de fissure, on définit le sens d'un critère de bifurcation. Après avoir déterminé, numériquement ou analytiquement, un paramètre remarquable définissant la capacité de résistance à rupture (tel que facteur d'intensité de

contrainte, K , ou taux de restitution d'énergie, G), et la ténacité exprimée en terme de K_{Ic} ou G_c (obtenus expérimentalement), le critère de bifurcation doit déterminer :

- l'angle de bifurcation par rapport à l'axe de la fissure, et
- si le paramètre remarquable rend la fissure instable, la force à propager. Par exemple, pour la fissuration en mode I, $K_I \geq K_{Ic}$ rend la fissure instable. Pour le cas d'un mode mixte (mode I et mode II) de fissuration, le critère de bifurcation exige donc une relation entre K_I et K_{II} d'une part, et K_{Ic} d'autre part, cette relation s'écrit sous la forme : $F(K_I, K_{II}, K_{Ic})=0$

II.4.1 Critères de bifurcation en milieu élastique linéaire

Nous retenons quatre critères de bifurcation parmi les plus répandus.

- Le premier et le quatrième sont basés sur une interprétation physique du phénomène «critère de la contrainte circonférentielle maximum»
- Le deuxième et le troisième sont énoncés sous deux formes énergétiques [13].

II.4.1.1 Critère de la contrainte circonférentielle maximale

L'énoncé de ce critère est le suivant : la bifurcation s'amorce à l'extrémité de la fissure dans la direction ($\theta=\theta_0$) perpendiculaire à la direction de la plus grande contrainte circonférentielle $\sigma_{\theta\theta}$. En élasticité linéaire [13], cela se traduit par :

$$\sigma_{\theta\theta} \Big|_{\theta=\theta_0} > 0, \frac{\partial \sigma_{\theta\theta}}{\partial \theta} \Big|_{\theta=\theta_0} = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial^2 \sigma_{\theta\theta}}{\partial \theta^2} \Big|_{\theta=\theta_0} < 0 \quad (32)$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{1}{4\sqrt{2\pi}} \left[K_I \left(\cos \frac{\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} \right) - 3K_{II} \left(\sin \frac{\theta}{2} + \sin \frac{3\theta}{2} \right) \right]$$

On peut déduire :

$$K_I \sin \theta + K_{II} (3 \cos \theta - 1) = 0 \quad (33)$$

Nous avons donc :

$$\tan \left(\frac{\theta}{2} \right) = \frac{1}{4} \left(\frac{K_I}{K_{II}} \right) \pm \frac{1}{4} \sqrt{\left(\frac{K_I}{K_{II}} \right)^2 + 8} \quad (34)$$

θ : donne la direction du maximum de la contrainte circonférentielle qui détermine l'angle de bifurcation.

II.4.1.2 Taux de restitution d'énergie

Ce critère reprend la notion de taux de restitution d'énergie G déjà utilisée par Griffith, mais il se place dans un cadre d'étude plus général, celui de la fissure présentant une bifurcation. La direction recherchée est celle qui rend maximale le taux de restitution d'énergie pour un accroissement Δa . Ce critère peut s'appliquer quelle que soit la loi de comportement. En élasticité linéaire, il peut être énoncé, de manière équivalente, comme suit : Pour une fissure ayant déjà une bifurcation, les angles définissent des facteurs d'intensité de contraintes pour l'extrémité de la branche secondaire, soit $K_I^*(\theta)$ et $K_{II}^*(\theta)$, on cherche alors la direction qui rend $K_{II}^*(\theta)=0$, lorsque s tend vers zéro (Fig.11) [14].

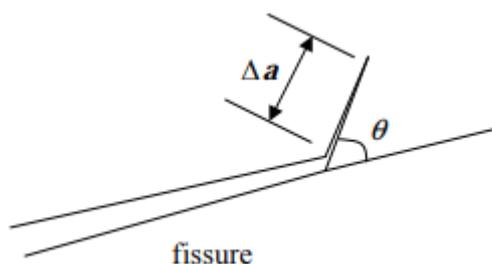


Figure 11 : Bifurcation de fissure [14].

II.4.1.3 Critère du minimum de densité d'énergie de déformation

Sih a proposé le critère du minimum de densité d'énergie de déformation $w(\epsilon)$ basé sur la densité d'énergie d'un élément du volume au voisinage de la pointe de fissure à une distance r et un angle θ dans la zone du comportement asymptotique. Selon ce critère, la fissure se propage dans la direction le long de laquelle le facteur de la densité d'énergie de déformation $S(\theta) = w(\epsilon) / r$, est minimum. S est écrit sous la forme suivante :

$$S = a_{11} + k_1^2 + 2a_{12}k_1k_2 + a_{22}k_2^2 + a_{33}k_3^2 \quad (35)$$

Où, a_{ij} représente des fonctions de l'angle polaire θ , du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν . Les k_i sont définis comme suit :

$$k_i = \frac{K_i}{\pi} \quad (i = I, II, III) \quad (36)$$

Où, K_i est le facteur d'intensité de contraintes en mode I, mode II et mode III. La direction de propagation de fissure est définie alors comme suit :

$$\frac{\partial S}{\partial \theta} = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial^2 S}{\partial \theta^2} > 0 \quad (37)$$

II.4.1.4 Critère CTOD

Le critère CTOD est basé sur le concept selon lequel le vecteur de déplacement en pointe de fissure COD représente la force d'entraînement pour faire propager la fissure. Les études du critère de rupture basé sur CTOD ont été confinées à la fissure du mode I qui se propage le long d'une direction fixe qui correspond à l'axe de la fissure initiale.

Lorsqu'il s'agit d'un mode mixte, le critère est alors basé sur le vecteur CTD (Crack Tip - Displacement) qui est une combinaison de CTOD (Crack - Tip - Opening - Displacement) correspondant au chargement en mode I et de CTSD (Crack - Tip - Sliding - Displacement), qui est le vecteur de déplacement dû au glissement en fond de fissure correspondant au chargement en mode II. Autrement dit, lorsque la fissure est soumise au chargement en mode mixte, l'écartement de la pointe de fissure peut être décomposé en deux parties : δI et δII . δI est le déplacement horizontal, et δII est le déplacement vertical. Le critère stipule que la propagation de fissure se produit dans la direction qui correspond au maximum de la composante d'ouverture ou au maximum de la composante du déplacement de cisaillement mesuré à une distance donnée derrière la pointe de fissure, au moment de la rupture.

Il est à noter que la plupart des paramètres conventionnels de mécanique de rupture a été employée pour prévoir la direction de propagation de fissure sous des chargements en mode mixte, cependant, l'utilisation de ces paramètres a été principalement limitée à la rupture en milieu élastique linéaire. Bien qu'ils conduisent à une très bonne précision pour les matériaux élastiques fragiles contenant une fissure réelle, ces critères prévoient mal la bifurcation dans les cas où le matériau est ductile, le chargement est répété, voire en présence de surcharge ou de contraintes résiduelles [15].

II.4.2 Critères de bifurcation en milieu élastoplastique

Le mécanisme de rupture dans les matériaux ductiles étant plus complexe, les critères de bifurcation précédents ne sont pas suffisants pour déterminer la direction de propagation de fissure. La bifurcation de la fissure dépend alors, non seulement de l'angle du chargement mais aussi des caractéristiques mécaniques du matériau. La compétition entre la rupture par clivage et la rupture par cisaillement détermine la résistance d'une structure fissurée. Il est à noter que même si la fissure est soumise au chargement en mode I pur, il existe une transition entre rupture par clivage et rupture par cisaillement [15].

Le critère RKR, établi par Ritchie et al. (1973), semble physiquement rationnel pour déterminer la compétition entre le clivage et cisaillement. Selon ce critère, si le maximum de contrainte circonférentielle σ_{\max} est supérieur à la valeur critique σ_c à la distance r_c avant la pointe de fissure, la fissure se propage par clivage. Ce critère peut être étendu à la rupture par cisaillement. Dans ce cas, la fissure va se propager si le maximum de contrainte de cisaillement τ_{\max} atteint une valeur critique τ_c à la distance r_c :

$$\sigma_{\max}(r = r_c) \geq \sigma_c \quad \text{et} \quad \tau_{\max}(r = r_c) \geq \tau_c \quad (38)$$

Selon ces deux conditions, le critère de transition entre la rupture par clivage et la rupture par cisaillement peut être obtenu ainsi : La rupture par clivage se manifeste si le rapport de $\sigma_{\max} / \tau_{\max}$ à la distance r_c avant la pointe de fissure est supérieur au rapport de σ_c / τ_c . Sinon la rupture par cisaillement se produit. Autrement dit :

$$\begin{aligned} \frac{\sigma_{\max}}{\tau_{\max}} > \frac{\sigma_c}{\tau_c} &\Rightarrow \text{fissure par clivage} \\ \frac{\sigma_{\max}}{\tau_{\max}} < \frac{\sigma_c}{\tau_c} &\Rightarrow \text{fissure par cisaillement} \end{aligned} \quad (39)$$

En se basant sur le critère de RKR, nous avons développé le critère de J-M^P pour évaluer la bifurcation de fissure dans les matériaux ductiles. Dans ce critère, nous avons pour but de développer une procédure pour prévoir la propagation initiale ainsi que le trajet de fissuration sous différents taux de mixités [15].

II.5 Forme et taille de la zone plastique en pointe de fissure

Généralement les matériaux solides développent des zones de déformation plastique lorsque la limite élastique est excédée dans la région proche du front de fissure. Toutefois, si on s'approche très près du front de la fissure, c'est-à-dire lorsque r tend vers 0, le calcul théorique montre que les contraintes vont tendre vers l'infini. En fait, la résistance ne peut dépasser la limite d'élasticité du matériau qui va commencer à se plastifier à proximité du front de la fissure, créant ainsi une zone plastique. Réellement les contraintes à l'extrémité d'une fissure restent finies car le rayon au fond de fissure n'est pas nul. Ces contraintes dépassent la limite d'élasticité du matériau et la déformation plastique qui en résulte, conduit à une relaxation des contraintes à l'extrémité de la fissure. La mécanique linéaire de la rupture devient progressivement imprécise à mesure que la taille de la zone plastifiée qui se forme à l'extrémité de la fissure, devient importante. Des corrections simples à la mécanique linéaire de la rupture sont proposées lorsque cette taille reste raisonnable. Au-delà d'une certaine plastification, le facteur d'intensité de contrainte n'est plus adapté à la description des champs des contraintes et des déplacements à l'extrémité de la fissure. On utilise alors d'autres paramètres. Il est important de connaître la taille de la zone plastique au fond de fissure, compte tenu des limites d'application de la mécanique linéaire de la rupture. Plusieurs auteurs ont tenté d'évaluer la forme et la taille de la zone plastifiée en bout de fissure en se basant sur les critères classiques de l'élasticité ou par calcul par la méthode des éléments finis [15].

II.5.1 Approche d'Irwin

Irwin a été le premier à essayer de corriger les équations de la mécanique linéaire de la rupture pour prévoir la zone plastique au front de la fissure. Si la taille de cette zone demeure assez petite, elle n'a pour effet que de décaler la distribution singulière des contraintes d'une quantité r_y appelée (correction de plasticité ou correction d'Irwin) donnée par la formule suivante :

$$r_y = \frac{1}{\alpha} \left(\frac{K}{\alpha_c} \right)^2 \quad (40)$$

$\alpha = 2$: en contrainte plane

$\alpha = 6$: en déformation plane.

Cette quantité r_y s'ajoute à la longueur réelle de la fissure. A partir de la valeur r_y , Irwin définit un facteur d'intensité de contraintes plastiques :

$$K_I^* = \sigma \sqrt{\pi(a + r_y)} \quad (41)$$

Les critères de Tresca ou de Von Mises permettent de déterminer avec précision la forme de la zone plastique. Irwin, suppose que la forme de la zone plastifiée de dimension r_P est circulaire. La grandeur de cette zone peut être estimée comme la distance r_y entre le fond de la fissure et le point où la contrainte dépasse la limite d'élasticité. σ_e Irwin considère l'existence d'une fissure fictive de profondeur $a + r_y$ (où a est la longueur réelle de la fissure) qui a son extrémité au centre d'une zone plastique de rayon r_y , au bout de cette fissure fictive, et suppose un comportement élastoplastique parfait ($\sigma_Y = \sigma_e = \text{const}$) à l'intérieur de cette zone (Fig.12). En fait, si l'on adopte les critères de Tresca et de Von Mises, on obtient une forme sensiblement différente qui, de plus, varie dans l'épaisseur de la pièce puisqu'à la surface règne un état de contraintes planes alors qu'à cœur l'on se rapproche davantage d'un état de déformations planes. En conséquence, la zone plastifiée doit décroître graduellement depuis la surface jusqu'au cœur [15].

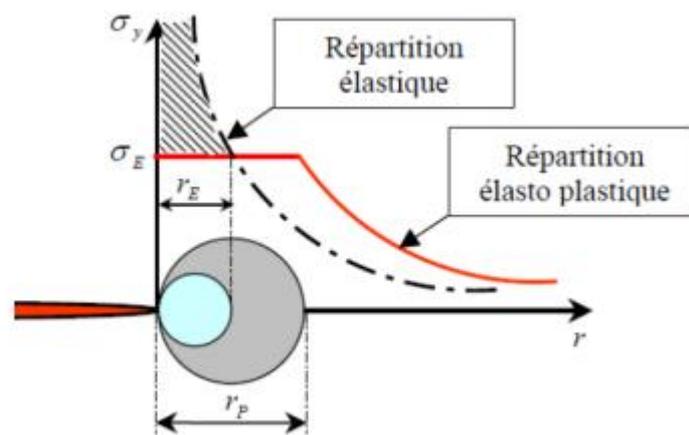


Figure 12 : Correction de la zone plastique (Irwin) [15].

On peut exprimer les composantes de contraintes sous la forme suivante :

$$\sigma_{ij} = S_{ij} + \delta_{ij} \frac{1}{3} \text{tr} \sigma \quad (42)$$

S_{ij} : sont les composantes du déviateur et $tr\sigma$ est la trace du tenseur de contrainte :

$$tr\sigma = \sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3 \quad (43)$$

et σ_{ij} est l'indice de Kroneker = $\begin{cases} 1 & \text{si } i = j \\ 0 & \text{si } i \neq j \end{cases}$

II.5.2 Critère de Von-Mises

Ce critère considère que le seuil de plasticité est lié à l'énergie élastique de cisaillement. C'est l'énergie déviatrice qui provoque la plasticité selon les plans de cisaillement maximum. Cette énergie est définie par [15] :

$$W_d = \int S_{ij} d\varepsilon_{ij}^e$$

Après intégration cette énergie s'écrit pour un état seuil $\sigma = \sigma_e$:

$$W_d = \frac{1}{4\mu} S_{ij} S_{ij} = \frac{1}{6\mu} \sigma_e^2 \quad (44)$$

Le critère de Von-Mises qui s'écrit sous la forme suivante :

$$S_{ij} - \frac{\sigma_e^2}{3} = 0 \quad (45)$$

Dans l'espace des contraintes principales à trois dimensions :

$$\frac{1}{\sqrt{2}} \left[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \right]^{\frac{1}{2}} = \sigma_e \quad (46)$$

L'équation suivante, représente un cylindrique (Fig.13) à base circulaire de rayon :

$$R = \sqrt{\frac{2}{3}} \sigma_e \quad (47)$$

II.5.3 Critère de Tresca

Le critère de Tresca considère que le seuil de plasticité est lié à la contrainte de cisaillement maximale. Celle-ci s'exprimant en fonction de la différence des contraintes principales, le seuil sera atteint pour [16]:

$$\sigma_e = \sup_{i=j} (|\sigma_i - \sigma_j|) \tag{48}$$

Dans l'espace des contraintes principales à trois dimensions :

$$[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 - 4\sigma_e^2][(\sigma_2 - \sigma_3) - 4\sigma_e^2][(\sigma_3 - \sigma_1) - 4\sigma_e^2] = 0 \tag{49}$$

Dans l'espace des contraintes principales, le critère de Tresca est représenté par un prisme droit à base hexagonale (Fig.13). Ce prisme est inscrit dans le cylindre de Von-Mises. Le critère de Tresca est basé sur la contrainte de cisaillement maximale.

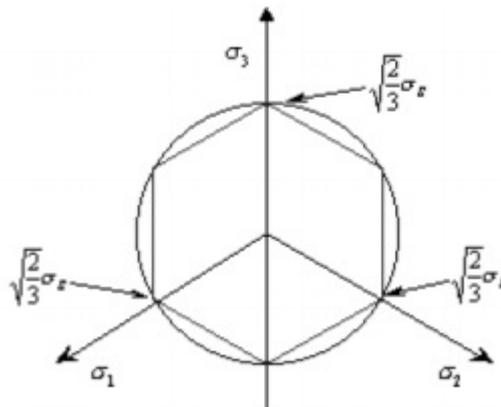


Figure 13 : Représentation géométrique du critère de Tresca et Von-Mises [16].

L'utilisation du critère de Von Mises en mode I conduit à des contours décrits sur la figure 14 et aux équations suivantes :

En contrainte plane :

$$r_y = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_e^2} \cos^2 \frac{\theta}{2} \left(1 + 3 \sin^2 \frac{\theta}{2} \right) \tag{50}$$

En déformation plane :

$$r_y = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_e^2} \cos^2 \frac{\theta}{2} \left[(1-2\nu)^2 + 3 \sin^2 \frac{\theta}{2} \right] \quad (51)$$

Si le calcul de r_y est fondé sur le critère de Tresca, on obtient les relations suivantes dont les contours sont représentés sur la figure 14. Les zones de Tresca sont légèrement plus grandes et d'une forme légèrement différente des zones plastiques de Von Mises.

En contrainte plane :

$$r_y = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_e^2} \cos^2 \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin^2 \frac{\theta}{2} \right)^2 \quad (52)$$

En déformation plane :

$$r_y = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_e^2} \cos^2 \frac{\theta}{2} \max \left[1, \left(1 - 2\nu + \sin \frac{\theta}{2} \right)^2 \right] \quad (53)$$

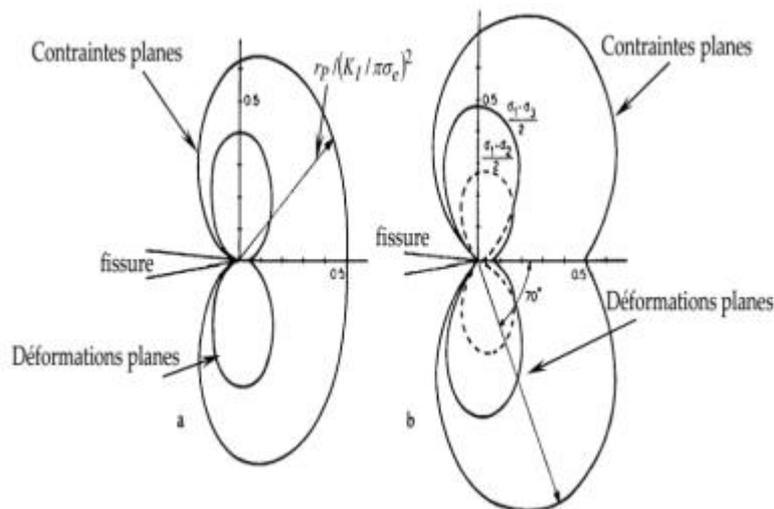


Figure 14 : Forme de la zone plastique selon les critères de Von Mises et Tresca [16].

Des analyses semblables peuvent être faites pour des modes II et III de fissuration. Des formes de la zone plastique pour ces modes sont montrées sur la figure 15, dans le cas d'un calcul fondé sur la base du critère de Von Mises. La forme et la taille de la zone plastique sont sensiblement différentes [16].

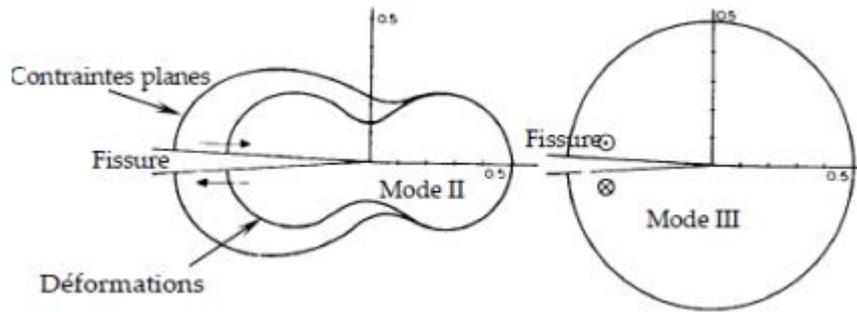


Figure 15 : Forme de la zone plastique pour les modes II et III [16].

En Mode II l'utilisation du critère de Von Mises donne :

En contrainte plane :

$$r_y = \frac{K_{II}^2}{2\pi\sigma_e^2} \left[3 - 8 \sin^2 \frac{\theta}{2} + 9 \sin^4 \frac{\theta}{2} \right] \quad (54)$$

En déformation plane :

$$r_y = \frac{K_{II}^2}{2\pi\sigma_e^2} \left[3 - (8 + 4\nu - 4\nu^2) \sin^2 \frac{\theta}{2} + 9 \sin^4 \frac{\theta}{2} \right] \quad (55)$$

En utilisant les critères de Tresca et de Von Mises, Mc Clintock a montré que la zone plastique en mode III et en plasticité confinée, prend la forme d'un cercle [16].

$$r_y = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{III}}{\tau_0} \right)^2 \quad (56)$$

En mode mixte et dans le cas général en mode mixte, Rook montre que la taille de la zone plastique après application du critère de Von Mises s'écrit comme suit :

$$r_y = \frac{1}{2\pi\sigma_e^2} \left[K_I^2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \left(1 + 3 \sin^2 \frac{\theta}{2} \right) + K_I K_{II} \sin \theta (3 \cos \theta - 1) + K_{II}^2 \left(3 + \sin^2 \frac{\theta}{2} \left(1 - 9 \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) \right) \right] \quad (57)$$

En déformation plane :

$$r_y = \frac{1}{2\pi\sigma_e^2} \left\{ \begin{aligned} & K_I^2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \left((1 - 2\nu) + 3 + \sin^2 \frac{\theta}{2} \right) + K_I K_{II} \sin \theta (3 \cos \theta - (1 - 2\theta)) \\ & + \\ & K_{II}^2 \left(3 + \sin^2 \frac{\theta}{2} \right) \left((1 - 2\nu)^2 - 9 \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) + 3K_{III}^2 \end{aligned} \right\} \quad (58)$$

Des analyses plus récentes ont été réalisées par Tuba et par Rice et Rosengren. Leurs résultats sont présentés sur la figure 16. Selon Tuba, le rayon r_p est maximal à $\theta = 69^\circ$ (Fig.16.a), montré dans la figure 14 pour différentes valeurs σ / σ_e . A cet angle la contrainte de cisaillement est maximale. Rice et Rosengren ont prouvé que la zone plastique est légèrement affectée par le taux d'écroissage et le point le plus éloigné de la zone plastique est à $\theta = 100^\circ$ (Fig.16. b). Rice et Rosengren ont montré que la zone plastifiée déterminée par un calcul aux éléments finis En mode I et en déformation plane, prend la forme de deux ailes [16].

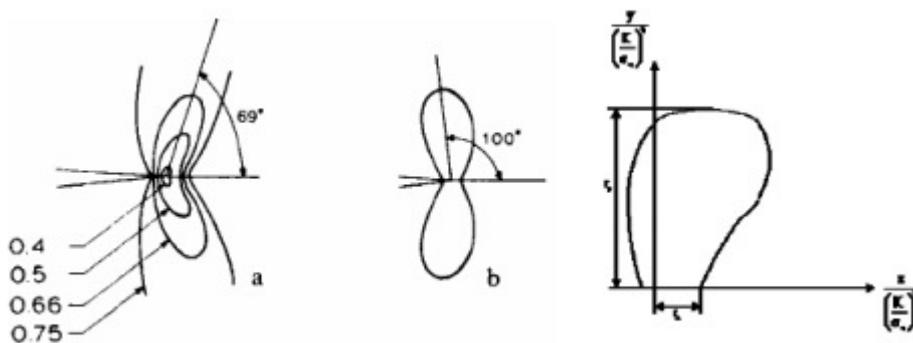


Figure 16 : Forme de la zone plastique : a) Tuba, b) Rice et Rosengren [16].

II.5.4 Approche de Dugdale

Dugdale a proposé un modèle de bande pour la zone plastique dans des conditions de contraintes planes. La figure 17 illustre le modèle de Dugdale, qui considère une fissure de

longueur $a + r$ avec des contraintes de compression d'intensité de la limite d'élasticité σ_e , qui s'exercent sur la longueur r près de chacune des extrémités. La longueur r représente la taille de la zone plastique. Le phénomène de fermeture de fissure est provoqué par des contraintes internes puisqu'elles tendent à fermer la fissure. Lorsqu'on charge une structure fissurée, une zone plastique se forme à l'extrémité de la fissure. Lors de la décharge, le reste de la structure, reste élastique, exerce alors sur la zone plastique des contraintes de compression σ_e . Le rayon de la zone plastique selon le modèle de Dugdale s'exprime par [16] :

$$R_d = \frac{\pi}{8} \left[\frac{K(I)}{\sigma_e} \right]^2 \quad (59)$$

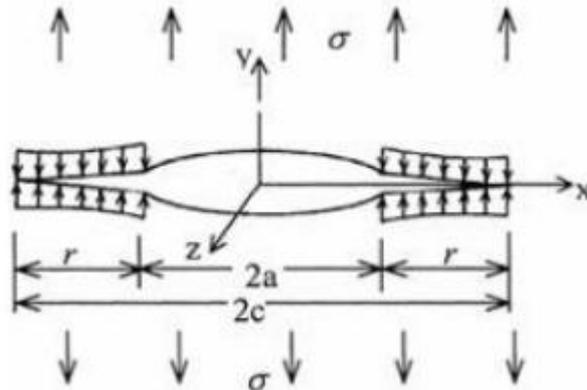


Figure 18 : Modèle de la zone plastique de Dugdale [16].

Références bibliographiques

- [1] Abderrahim ZEGHLOUL. « Concepts Fondamentaux de la mécanique de la rupture ». université de Lorraine 2016-2017.
- [2] Salem MOKADEM. « Effets des adhésifs viscoélastiques et viscoplastiques sur le comportement en rupture des assemblages collés » décembre 2015. Université de sidi bel abbés.
- [3] Ba Danh LE. Modélisation discrète en mécanique de la rupture des matériaux fragiles. Université de Strasbourg 2013.
- [4] G. Irwin. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. Journal of Applied Mechanics, 24 :361-364, 1957.
- [5] Shixiang Ma. Propagation de fissure en mode mixte dans un milieu élastoplastique avec prise en compte des contraintes résiduelles. Mécanique [physics.med-ph]. Université Blaise Pascal – Clermont Ferrand II, 2005. Français. fnNT : 2005CLF21556ff
- [6] SAIB Meriem. Etude expérimentale et numérique d'une structure fissurée sous contrainte de fatigue. Université M'hamed Bougara de boumerdes 2012.
- [7] H.D.BUI. Mécanique de la rupture fragile. Masson, 1978.
- [8] Djebbloun Youcef. Chapitre III : Mécanique linéaire élastique de la rupture.
- [9] P.de RIJK et A.A.M. OTTER. Empirical investigation on some methods for stopping the growth of fatigue cracks , National Aerospace Laboratory, NLR TR 70021 L, 1969.
- [10] J.E. Rice. A path independent integral and the approximate analysis of strain Concentrations by notches and cracks, Journal of Applied Mechanics, vol. 35, 1968, pp. 379-386.
- [11] Dominique François. Comportement mécanique des matériaux. Edition Hermès, Paris.
- [12] Paris P.C, Erdogan F.A. A critical analysis of crack propagation laws Transactions of the American society of Mechanical Engineers-Series D, 1963, 85, 4, pp528-534.
- [13] Erdogan F. and Sih, G.C. On the crack extension in plates under plane loading and transverse shear. Transaction of the ASME. J. Basic Eng, 1963, 85, pp 519-527,
- [14] Griffith A.A. The phenomena of rupture and flow in solids. Phil. Trans. Roy. Soc. of London, 1920, A221, pp 163-197.
- [15] Li C. Vector CTD criterion applied to mixed mode fatigue crack growth. Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 1989, 12, pp 59-65.
- [16] McClintock, F. A. and Irwin, G. R. Plasticity aspects of fracture mechanics. ASTM STP 381,(1965)pp.84-113.

Chapitre IV

Modèles analytiques et numérique

I. Introduction

Les nanocomposites sont des matériaux dont les charges de tailles nanométriques telles que, les nanoparticules de la silice ou les feuillets d'argile sont dispersés au sein d'une matrice thermoplastique, thermodurcissable ou élastomère peuvent modifier les propriétés du matériau en se basant sur les propriétés intrinsèques de ces nanocharges. Néanmoins, l'utilisation de nanoparticules et le développement de nouveaux nanocomposites peuvent être restreints par leurs disponibilités et par la tendance des nanoparticules à s'agglomérer, ceci va empêcher leur bonne dispersion au sein de la matrice polymère. C'est dans le but d'optimiser cette dispersion que de nombreuses recherches sur les nanocomposites sont réalisées [1]. Les propriétés particulières de la silice, telle que la surface spécifique élevée, les propriétés thermiques exceptionnelles font de ces nanoparticules un agent de renforcement prometteur, ce qui peut fournir des propriétés thermiques, mécaniques ou optiques améliorées pour différentes matrices, et ceci avec un taux de charge inférieur à 10%. Cette amélioration est due à la taille fine des particules qui mène à une grande surface spécifique et une importante interface polymère/charge [2]. Avec tous les avantages de l'époxy à savoir la facilité de transformation, la bonne résistance aux substances chimiques, le prix peu élevé et la possibilité d'être recyclé, l'époxy est un bon candidat comme matrice pour la production des nanocomposites thermoplastiques renforcés par des nanoparticules de silice [3].

II. Modèle de l'assemblage collé

Les assemblages collés ont une très grande efficacité. Ils permettent de distribuer les efforts transférés sur une plus grande surface. Nous parlerons alors de mode continu de transfert de charge. Pour les applications aéronautiques qui nous intéressent, ces assemblages collés sont tels que le joint de colle travaille en cisaillement dans son plan. La géométrie de base est le recouvrement simple illustré sur la figure 1.

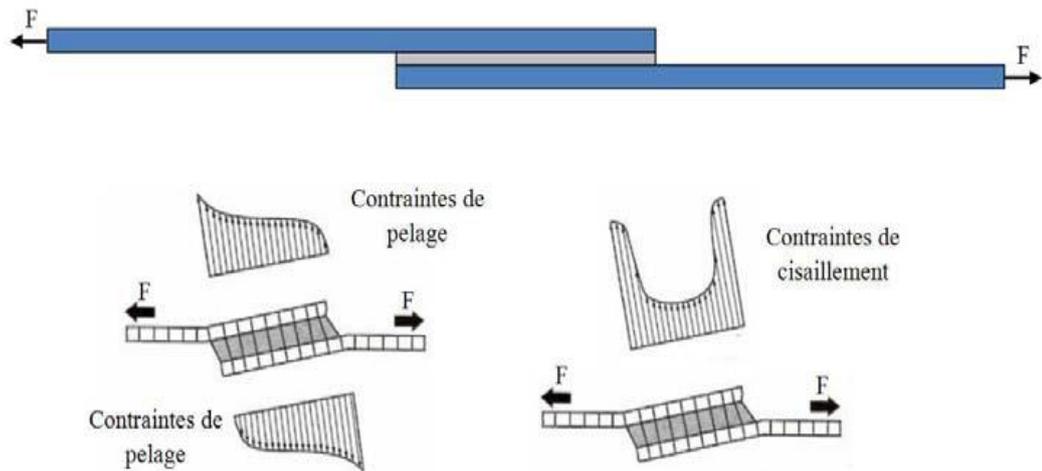


Figure 1 : Epreuve de cisaillement à simple recouvrement avec la représentation des contraintes générées dans le joint de colle [10].

II.1 Approches analytique

Les premiers calculs ont été effectués par Aronovljevic en 1909 pour des colles qui travaillent élastiquement et en cisaillement. Deux types d'analyse se dégagent ensuite : les analyses uniaxiales et les analyses biaxiales [4].

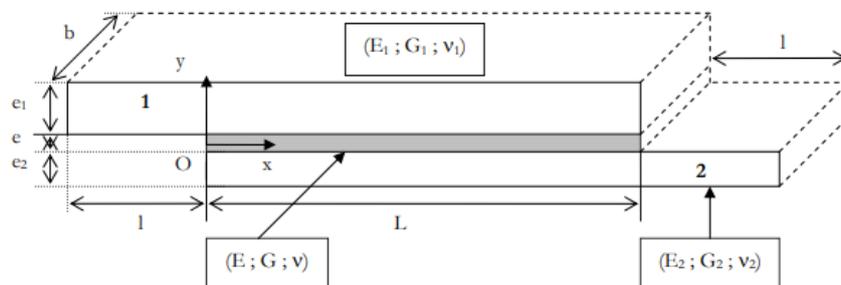


Figure 2 : Géométrie et notation du joint collé en simple recouvrement.

La jonction est chargée par un effort de traction f aux deux extrémités. L'origine du repère O est prise au début du substrat 2, sur la ligne moyenne. Nous indiquons par j les paramètres mécaniques ou géométriques ayant trait au substrat j . Pour l'adhésif, aucun indice ne sera employé, pour ces mêmes paramètres.

Nous notons respectivement $N^{(j)}$, $V^{(j)}$ et $M^{(j)}$ les efforts normaux, efforts tranchants et moments dans le substrat j . Nous notons respectivement S (i.e. : σ_{yy}) et T (i.e. : τ_{xy}) les contraintes de pelage et de cisaillement dans l'adhésif. Une telle jonction sera dite équilibrée quand :

$$E_1 = E_2 \text{ et } e_1 = e_2$$

II.1.1 Analyses uniaxiales

Dans ces analyses, seules les contraintes de cisaillement dans l'adhésif et les efforts longitudinaux dans les substrats sont prises en compte. L'adhésif est modélisé par une infinité de ressorts travaillant en cisaillement. Les substrats sont considérés comme travaillant en contraintes planes [4].

Volkersen, analyse en 1938 l'état de contrainte dans un joint collé à simple recouvrement. Volkersen considère que l'adhésif et les substrats sont parfaitement élastiques et isotropes. Il néglige les contraintes de cisaillement dues à la flexion des substrats, supposés alors travailler en contraintes planes, et, s'intéresse à la distribution des contraintes de cisaillement dans la couche de colle [4].

Il montre alors que la contrainte de cisaillement est maximale au bord du joint et minimale au centre (Figure 3).

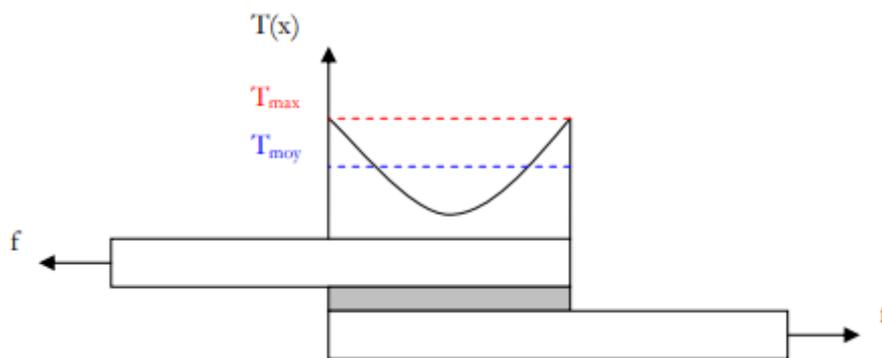


Figure 3 : Répartition de la contrainte de cisaillement.

Il faut donc remarquer :

$$\eta_V L \ll 1 \text{ implique } \begin{cases} T_{\max} = T_{\text{moy}} \\ f_{\text{critique}} = bLT_{\text{moy}} \end{cases}$$

$$\eta_V L \gg 1 \text{ implique } \begin{cases} T_{\max} = \frac{\eta_V L}{2} T_{\text{moy}} \\ f_{\text{critique}} = \frac{2b}{\eta_V} T_{\text{moy}} \end{cases}$$

Par conséquent pour $\eta_V L \gg 1$, la charge critique ne dépend plus de la longueur de recouvrement et il existe donc une longueur optimale, L_{opt} :

$$L_{opt} = \frac{2}{\eta_V}$$

Demarkles, améliore l'analyse précédente en tenant compte des déformations de cisaillement des substrats. Il aboutit à l'expression suivante de la répartition de la contrainte de cisaillement dans l'adhésif, pour le cas de deux substrats du même matériau isotrope mais d'épaisseur non forcément égale :

$$T(x) = \frac{\eta_D L}{\sinh(\eta_D L)} \left[\frac{e_2 \cosh(\eta_D x) + e_1 \sinh(\eta_D L - \eta_D x)}{e_1 + e_2} \right] T_{moy}$$

L'auteur montre que les contraintes de cisaillement aux bords du joint y sont maximales. Plus précisément, avec ε tel que $e_2 = \varepsilon e_1$, nous avons :

$$T_{\max} = T(x=0) = \frac{\eta_D L}{\sinh(\eta_D L)} \left(\frac{\varepsilon + \cosh(\eta_D L)}{1 + \varepsilon} \right)$$

$$T_{\max} = T(x=L) = \frac{\eta_D L}{\sinh(\eta_D L)} \left(\frac{1 + \varepsilon \cosh(\eta_D L)}{1 + \varepsilon} \right)$$

Erdogan et Ratwani, analysent l'assemblage collé de deux substrats en escalier puis biseautés. La flexion des substrats est négligée : seuls les efforts normaux dans les substrats et la contrainte adhésive de cisaillement sont considérés. Un premier substrat est considéré comme isotrope tandis que le second est orthotrope. Ils calculent la charge transférée et les contraintes de cisaillement de l'adhésif, et, appliquent les résultats obtenus au cas du simple recouvrement [4].

II.1.2 Analyses biaxiales

Les analyses suivantes sont présentées de manière progressive au niveau de leur complexité et illustrent les travaux existants qui prennent en compte la flexion des substrats due à l'excentricité de chargement, par l'introduction d'un moment de flexion en bord de joint M_0 . L'adhésif est représenté par une infinité de ressorts travaillant en cisaillement et une infinité de ressorts travaillant en traction-compression. Les substrats sont considérés comme des plaques dans la plupart des cas [4].

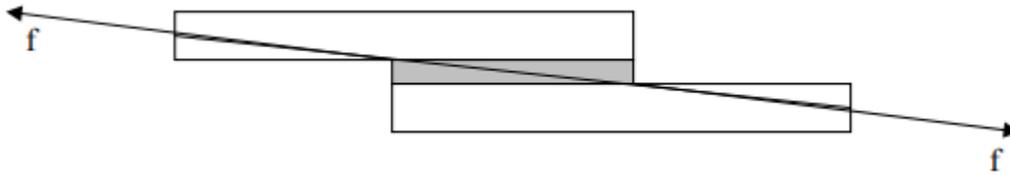


Figure 4 : Excentricité du chargement.

Goland et Reissner, tiennent compte du moment de flexion dans leur analyse, et raisonnent alors dans le cadre des plaques en flexion cylindrique. Ils supposent l'adhésif et les substrats parfaitement élastiques. Ils supposent la profondeur grande devant les épaisseurs des substrats, de sorte qu'ils considèrent un problème de déformations planes. Ils supposent de plus que la contrainte normale dans la direction x dans la colle est négligeable et que T dans la colle ne varie pas dans l'épaisseur. Ils procèdent en deux étapes ; ils déterminent premièrement la répartition du chargement sur la section rectangulaire du joint puis dans un second temps ils déterminent les contraintes dans la colle. Pour cela, ils considèrent les substrats et l'adhésif comme un seul bloc [4].

Cet important comportement physique de rotation de la jonction en simple recouvrement a aussi été identifié par De Bruyne. Il définit plus particulièrement un facteur de joint (« joint factor ») égal à la racine carrée de l'épaisseur des substrats (jonction équilibrée) par la longueur du recouvrement. Pour de faibles valeurs de ce facteur, la charge à rupture est indépendante de la longueur de recouvrement et est proportionnelle à la racine carrée de l'épaisseur. Pour de grandes valeurs de ce facteur, le rapport entre la charge à rupture et la longueur de recouvrement est constant [4].

Hart-Smith a fourni un travail considérable sur les jonctions collées à simple recouvrement, à double recouvrement, en escalier et biseautées. Ses solutions analytiques incorporent les effets thermiques et les effets de déséquilibre de rigidité. Il se place dans le cadre des plaques en flexion cylindrique. De plus, Hart-Smith s'intéresse au comportement non linéaire de l'adhésif : il a développé une approche élastique-plastique parfait (Fig. 5).

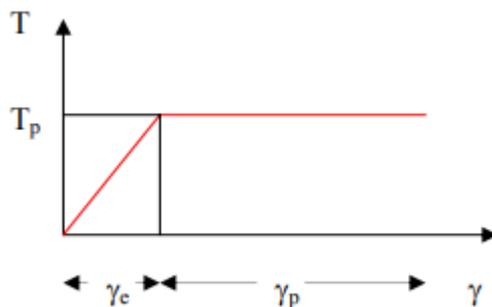


Figure 5: Matériau dont le comportement est élastique parfaitement plastique.

La démarche consiste à supposer l'existence d'une longueur $(L - d)$ sur laquelle la colle plastifie, soit dans le cas d'une jonction équilibrée : $0.5 (L - d)$ à chaque bord.

Dans le cas des jonctions en double cisaillement, il part de l'analyse de Volkersen (les phénomènes de flexion pouvant être négligés). La jonction peut être déséquilibrée. La prise en compte de la plasticité permet de faire coïncider expérience et théorie. L'auteur montre que la capacité de chargement augmente avec la longueur de recouvrement et est constante au-delà d'une certaine longueur : au-dessus de cette longueur, aucune charge plus importante ne peut être transférée. La charge est essentiellement transférée dans deux zones : celles proches des deux extrémités du joint de colle ; la charge transférée dans la zone intermédiaire, où la colle est élastique, est faible. L'extension des deux zones aux extrémités de la jonction est limitée, et au-delà d'une certaine longueur de recouvrement, la longueur des zones aux extrémités de la jonction ne dépend plus de la longueur de recouvrement [4].

Goland et Reissner, et Hart-Smith négligent l'influence des grands déplacements. Oplinger, intègre ces grands déplacements, dans le cas purement élastique et pour des jonctions équilibrées.

Tsaï et Morton, ont inclus les grands débattements du joint et leur influence sur le calcul des moments en bord de joint. Ils parviennent à partir de la comparaison entre une analyse par éléments finis bidimensionnelle et non linéaire et les analyses théoriques de Goland et Reissner, Hart-Smith et Oplinger à estimer les domaines de validité de ces théories. Ils distinguent alors deux types de joints : les joints à court recouvrement et les joints à long recouvrement [4].

Plus précisément :

- le modèle de Hart-Smith pour la détermination du moment en bord de joint est meilleur que ceux de Goland et Reissner et Oplinger pour les joints à court recouvrement ;

- le modèle d'Oplinger pour la détermination du moment en bord de joint est meilleur que ceux de Goland et Reissner et Hart-Smith pour les joints à long recouvrement.

Cependant, le modèle de Goland et Reissner reste assez précis pour la détermination de la distribution des contraintes adhésives, que le joint soit court ou long, en négligeant les grands déplacements du joint, et, en dépit que les contraintes aux bords de joint, au niveau des surfaces libres ne soient pas nulles. Les auteurs proposent un facteur de moment fléchissant modifié, à partir de celui de Goland et Reissner, pour tenir compte des effets des grands déplacements.

Crocombe et Bigwood, ont développé une analyse générale d'une jonction collée. Cette analyse a pour but de couvrir tous les types de configuration géométrique, en considérant la jonction en deux sandwichs substrat-adhésif soumise à un chargement complexe (tension, effort tranchant et moment de flexion). Les auteurs traitent dans un premier temps le cas élastique, et ensuite introduisent les non linéarités de la colle. Ils partent des mêmes hypothèses que Goland et Reissner : les déplacements hors plans dans les substrats sont négligeables devant les déplacements dans l'adhésif. Dans le cas élastique, les auteurs parviennent à des expressions linéaires des contraintes de cisaillement et de pelage en fonction du type de chargement ; ces formules sont directement exploitables par un bureau d'étude. Dans le cas d'un comportement non linéaire de la colle, les auteurs, contrairement à l'approche de Hart Smith donnent une méthode continue le long du recouvrement : il n'y a pas de séparation en deux zones distinctes (zone plastique aux deux bords du joint de colle et zone élastique entre les deux).

Smeltzer et Klang, développent un modèle analytique qui vise à s'appliquer aux cas de substrats non isotropique et d'adhésif non élastique. Ils s'inspirent de la théorie classique des stratifiés, et, en particulier, scinde le film d'adhésif en deux parties, chacune des parties étant attachée au substrat inférieur et supérieur. Ils comparent les résultats issus de leur modèle, codé sur FORTRAN à l'aide de la méthode des différences finies et représentant ainsi un outil de conception, aux résultats donnés par Goland et Reissner et par Crocombe et Bigwood. Ils mettent notamment en évidence une chute significative de la contrainte maximale de cisaillement entre le cas d'un adhésif élastique et le cas d'un adhésif non élastique.

Delale et Erdogan, introduisent le comportement viscoélastique de l'adhésif, tandis que les substrats sont considérés comme élastiques, dans une jonction collée à simple recouvrement et équilibrée. Le modèle viscoélastique utilisé est un modèle de Zener modifié. Les auteurs montrent que la distribution des contraintes adhésives (pelage et cisaillement) varie avec le

temps. Les maximums de ces contraintes ont tendance à diminuer à mesure que le temps augmente. De plus, les maximums de pelage, non seulement, sont supérieurs à ceux de cisaillement, mais décroissent plus lentement [4].

II.2 Approches numériques

Harris et Adams, s'intéressent aux modes de rupture d'une jonction à simple recouvrement, en prenant en compte la rotation de la jonction quand elle est chargée. Ils montrent que les facteurs de moment fléchissant de Goland et Reissner et de Hart-Smith ne correspondent pas à ceux trouvés numériquement, et ils attribuent les écarts aux hypothèses simplificatrices prises dans ces méthodes analytiques. De plus, ils ont introduit un comportement non linéaire des matériaux ; ils montrent alors qu'un faible degré de plastification des substrats augmente la résistance de la jonction, dans le sens où sa rotation est diminuée et que, par conséquent, les contraintes adhésives le sont aussi. Cependant, une plus grande plastification des substrats entraîne une concentration de contrainte plus importante au bord du bourrelet, qui peut être à l'origine d'une rupture prématurée de la jonction. Deux types de rupture sont alors mis en évidence : au niveau du bourrelet ou entre le substrat et l'adhésif en bord de joint, selon la limite élastique des substrats. Ils montrent de plus que, si l'adhésif plastifie, la résistance de la jonction augmente puisque la distribution de contrainte tend à s'uniformiser le long du recouvrement [4]. Tsai et Morton, proposent une analyse par éléments finis tridimensionnelle linéaire, incluant les grands déplacements et la présence d'un bourrelet en bord de joint. Par comparaison avec un modèle éléments finis bidimensionnel et le modèle de Goland et Reissner, ils montrent que si la contrainte de cisaillement n'est pas sensible au passage à la troisième dimension, il n'en est pas de même pour la contrainte de pelage. Ils montrent qu'une analyse bidimensionnelle en déformation plane est valable pour connaître la distribution de contrainte loin des surfaces libres ($\frac{2x}{L} > 0.1$). Ils confirment de plus que la présence du bourrelet diminue les contraintes maximales de cisaillement et de pelage [4].

II.3 Synthèse

Les travaux de Goland et Reissner et de Hart-Smith apparaissent comme étant des travaux références. En effet, Goland et Reissner sont les premiers à prendre en compte la flexion des substrats, tandis que Hart-Smith, sur la base des travaux de Goland et Reissner, analyse les assemblages collés sous toutes ses configurations. Par conséquent, ces travaux

offrent la possibilité assez simplement d'être considéré comme référant à d'autres analyses [4].

De ces analyses, nous pouvons dégager le comportement général en fonction des paramètres suivants :

- la longueur de recouvrement ;
- la rigidité (épaisseur et module d'élasticité) des substrats ;
- la rigidité (épaisseur et module d'élasticité) de l'adhésif ;
- le comportement mécanique de l'adhésif.

II.3.1 Longueur de recouvrement

Les contraintes adhésives maximales en bord de joint augmentent quand la longueur de recouvrement augmente ; l'effort est donc transféré préférentiellement aux extrémités du joint. La charge moyenne à rupture augmente avec la longueur de recouvrement jusqu'à atteindre un plateau ; d'où l'existence d'une valeur optimale de recouvrement : c'est la longueur de recouvrement qui permet de supporter un effort maximal pour une surface collée minimale.

II.3.2 Rigidité des substrats

L'augmentation de l'épaisseur des substrats diminue la concentration des contraintes de cisaillement et augmente la concentration de contrainte de pelage. De Bruyne, montre que la résistance au cisaillement et le rapport $\frac{\sqrt{e_i}}{L}$ sont liés. Une courbe de la résistance au cisaillement en fonction de ce rapport est obtenue : elle est indépendante de la nature des substrats. L'augmentation de la rigidité de flexion permet de diminuer la concentration des contraintes de cisaillement aux extrémités du joint. Cependant, l'augmentation de la rigidité D des substrats par une augmentation de leur épaisseur ou de leur module d'Young augmente le facteur de moment fléchissant et donc une augmentation des contraintes de pelage. Un facteur important est le rapport de la rigidité relative du substrat sur la rigidité relative de la colle $\frac{E_i e}{E e_i}$. Plus ce rapport sera élevé, plus les contraintes de pelage seront faibles [4].

II.3.3 Rigidité de l'adhésif

Théoriquement, la résistance du joint collé augmente avec l'épaisseur de l'adhésif. Pourtant, les résultats expérimentaux montrent que la charge moyenne à rupture augmente puis décroît au-delà d'une certaine épaisseur jusqu'à une certaine limite. L'auteur explique que c'est le développement des contraintes d'arrachement aux extrémités du joint, croissant avec l'épaisseur de l'adhésif, qui entraîne une diminution de la résistance au cisaillement. Son étude met en évidence qu'aux extrémités du joint, il existe des zones à très fort gradient de contraintes de pelage, accompagnant l'annulation des contraintes de cisaillement aux bords libres. Il montre par ailleurs que les ruptures du joint de colle tendent à être adhésives et non cohésives quand l'épaisseur augmente (ce n'est donc pas la structure interne de la colle qui s'affaiblit quand l'épaisseur croît) : les contraintes sont d'autant plus élevées à l'interface substrat/adhésif que le joint est épais. Quand le module de cisaillement de la colle augmente, la résistance au cisaillement diminue ; ceci pourrait être expliqué par l'augmentation des contraintes maximales adhésives quand leur module augmente.

II.3.4 Comportement mécanique des adhésifs

Sous les hypothèses simplificatrices prises par Hart-Smith, l'auteur montre que la prise en compte du comportement plastique de l'adhésif permet d'accorder les résultats théoriques et expérimentaux. Cela montre donc l'importance du comportement adhésif considéré. De plus, cela montre que des modélisations, pour lesquelles l'adhésif est simulé par des ressorts agissant dans le plan et hors plan, suffisent, même si l'état de contrainte nulle en bord libre n'est pas vérifié. La prise en compte du comportement visqueux des adhésifs montre l'évolution au cours du temps des assemblages collés. Par conséquent, la prise en compte de la variation temporelle des propriétés mécaniques des matériaux au cours du temps permet alors de prédire le comportement de l'assemblage collé au cours du temps [4].

III. Matériaux utilisés

III.1 Substrats

L'alliage d'aluminium 2024 est utilisé de manière importante dans l'aéronautique, il possède un pourcentage maximum d'aluminium d'environ 93 % et présente du cuivre comme principal élément d'addition : c'est la caractéristique des alliages aluminium de la série 2000. Il est principalement utilisé dans l'industrie aéronautique, automobile et l'armement du fait de sa bonne usinabilité, de sa résistance mécanique ainsi que son potentiel d'anodisation

(Tableau 2). Les caractéristiques mécaniques habituellement attribuées à cet alliage sont présentées dans le tableau 3[5].

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Ti	Autre	Al
0.5	0.5	3.8-4.9	0.30-0.9	1.2-1.8	0.25	0.1	0.15	0.15	90.7-93

Tableau 1 : Composition de l'alliage d'aluminium 2024 en % massique [6]

Soudabilité	Anodisation	Conductibilité thermique	Usinabilité	Résistance à la corrosion
Mauvaise	Moyenne	Bonne	Excellente	Mauvaise

Tableau 2 : Propriétés de l'alliage d'aluminium 2024 [6]

E (GPa)	N	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Masse volumique (kg/m ³)
72	0.33	300-350	450-500	8-15	2790

Tableau 3 : Caractéristique mécaniques de l'alliage d'aluminium 2024 [6]

L'alliage d'aluminium 2024 utilisé a subi un traitement thermique de type T3 qui consiste en une trempe, suivi d'un écrouissage, puis d'une maturation. Il est utilisé comme substrat pour les essais d'adhérence du joint et de flexion 3 points. Une courbe contrainte/déformation caractéristique de ces essais reportés sur la figure 6.

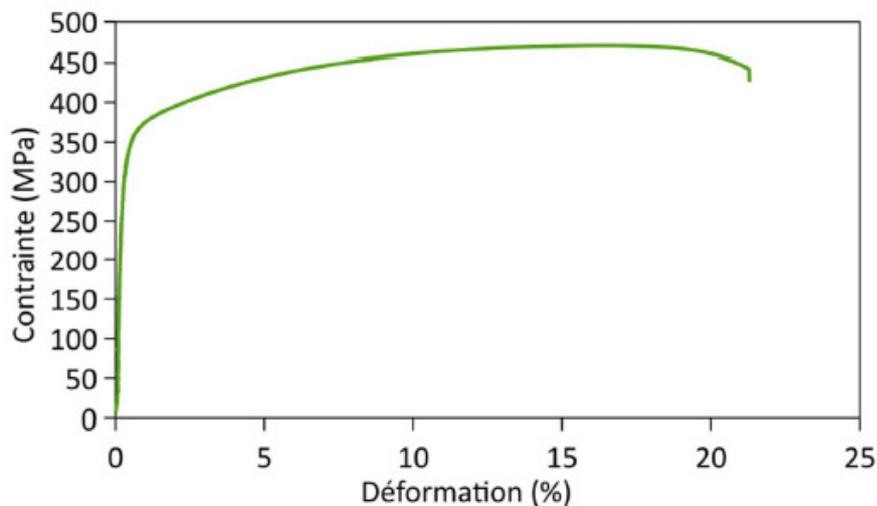


Figure 6: Courbe de traction de l'alliage d'aluminium 2024 [5].

III.2 Adhésif

Notre adhésif est un composite, qui est constitué d'au moins deux phases, l'une continue appelée matrice qui assure la cohésion et le transfert des contraintes et l'autre phase qui s'appelle le renfort car sa présence permet en général d'accroître leurs propriétés mécanique (rigidité, résistance à la rupture, dureté, ...) et d'améliorer les propriétés physiques.

III.2.1 Matrice

La résine époxy utilisée, était un éther diglycidyle standard de bisphénol A (résine DER 331, Dow Chemical Company) avec un poids moléculaire équivalent de 187 g / mol. La résine époxy DER 331 est une résine liquide à usage général et largement utilisée. Elle est reconnue comme un standard à partir duquel de nombreuses variantes ont été développées. Une grande variété d'agents de durcissement est disponible pour durcir les résines époxy liquides dans des conditions ambiantes. Les plus fréquemment utilisés sont les polyamines aliphatiques, les polyamides, les amido amines, les amines cycloaliphatiques et les versions modifiées de ces agents de durcissement. Ces systèmes sont parfois durcis à une température élevée pour améliorer certaines propriétés telles que la résistance chimique et la température de transition vitreuse. Des durcissements à température élevée sont nécessaires et de longs post-durcissements sont nécessaires pour développer des propriétés complètes si des agents de durcissement anhydride ou catalytiques sont utilisés [7].

Poids équivalent époxy (g/eq)	182 - 192
Pourcentage d'époxyde (%)	22.4 – 23.6
Contenu du groupe époxyde (m mol/kg)	5200 - 5500
Viscosité à 25°C (77°F), (mPa.s)	11000 - 14000
Couleur, Platine Cobalt	75 Max.
Teneur en Chlorure hydrolysable, (ppm)	500 Max.
Teneur en épichlorhydrine, (ppm)	5 Max.
Teneur en eau, (ppm)	700 Max.
Densité à 25°C (77°F), (g/mol)	1.16
Point de rupture, °C (°F)	252 (486)
Contenu non volatile, (wt%)	100
Durée de conservation, (mois)	24

Tableau 4 : Propriétés typique du DER331 [7].

III.2.1.1 Durcissement des résines d'époxy

Les résines époxy sont converties en réseaux thermodurcissables en trois dimensions lorsqu'elles sont durcies avec des agents de réticulation ou des durcisseurs. Le degré de réticulation peut être contrôlé par la structure chimique des agents de durcissement et les conditions de durcissement. Il existe de nombreux types d'agents de durcissement comprenant les amines, les amides, les anhydrides, les acides carboxyliques, les imidazoles. Le choix de l'agent de durcissement spécifique dépend des propriétés et des caractéristiques de traitement souhaitées. Les agents de durcissement utilisés pour le durcissement à la température ambiante sont normalement des amines aliphatiques, et les durcisseurs à haute température consistent généralement en amines ou anhydrides aromatiques. En général, les systèmes époxy durcis à haute température ont de meilleures propriétés, telles que des températures de transition vitreuse (T_g), une résistance et une rigidité supérieures, par rapport à ceux durcis à des températures plus basses.

III.2.1.2 Comportement de la résine d'époxy

Le comportement contrainte-déformation d'une résine thermodurcissable ductile tel qu'un époxy légèrement réticulé est similaire au comportement contrainte-déformation d'un polymère thermoplastique ductile. La figure 7 montre une contrainte de traction par rapport à la contrainte pour un polymère ductile typique. Initialement, la contrainte est linéairement proportionnelle à la contrainte jusqu'à ce qu'elle atteigne la limite d'élasticité. Aux premiers stades de la déformation, la plupart des époxydes semblent être pseudo-élastiques et le module de Young peut être obtenu à partir de la pente initiale. Au fur et à mesure que la contrainte augmente, la pente diminue et atteint souvent zéro lorsque la contrainte atteint un maximum local. Ce point maximum est classiquement connu comme le seuil ou la limite d'élasticité. En pratique, la limite d'élasticité est considérée comme le début de la déformation plastique. La contrainte diminue progressivement au-delà de la limite d'élasticité, un phénomène appelé assouplissement de la contrainte (qui est important pour la formation de bandes de cisaillement). La ténacité peut être évaluée par la surface sous la courbe contrainte-déformation qui représente le travail consacré à la déformation du matériau. La plupart des polymères ductiles présentent une déformation plastique importante et plus l'époxyde est ductile, plus la région de déformation plastique est grande.

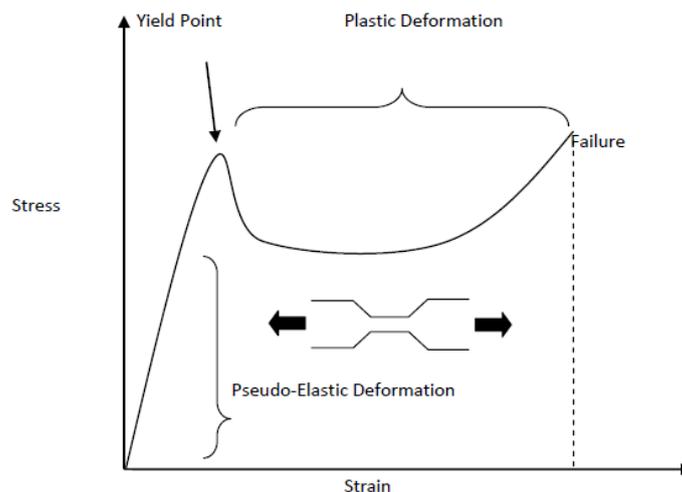


Figure 7: Contrainte de traction par rapport à la déformation pour un polymère ductile typique

III.2.2 Renfort

Les charges sont dites inertes si leur rôle est seulement de diminuer le prix de revient d'un matériau. Elles sont dites renforçantes si elles servent à améliorer certaines propriétés de ce matériau telles que le module d'élasticité (ou module d'Young) et de cisaillement, la résistance à la rupture, la résistance à l'impact, la dureté et la résistance à l'abrasion. Elles peuvent être utilisées pour modifier les propriétés électriques ou également diminuer la perméabilité aux gaz et liquides. Par exemple, les sables de silice purifiés et finement broyés sont largement utilisés dans un grand nombre de résines pour leur résistance à la chaleur, à l'abrasion, aux agents chimiques et leur conductivité thermique (et non pas électrique) [8]. Les propriétés d'une résine chargée dépendent des propriétés de la résine, des propriétés des particules de charges, de leur dispersion, de leur distribution géométrique et de leur interaction avec la résine. L'interface est la zone où s'effectue le transfert de contrainte de la matrice vers le renfort, c'est également la zone où sont concentrées les contraintes générées lors de la cuisson. L'interface charge-matrice, souvent considérée comme une surface de contact d'épaisseur quasi nulle, forme en fait une couche autour de la particule de charge dans laquelle la structure de la résine est différente de celle du cœur. L'interface est donc considérée comme une zone d'interactions [8]. Depuis une vingtaine d'années, il est admis que les silices contribuent à améliorer certaines propriétés des polymères. Le mode de synthèse de la charge minérale et donc de la silice est essentiel puisqu'il permet de moduler les propriétés de la charge en rendant son utilisation spécifique pour un type de renforcement donné.

III.2.2.1 Charge utilisée

Les particules de nano-SiO₂ (3M Corporation) d'une taille moyenne de particules de 170 nm, 74 nm et 23 nm ont été modifiées en surface par un procédé sol-gel pour empêcher l'agglomération et pour maintenir une distribution granulométrique étroite. Les particules de nanosilice ont été fournies sous forme de concentrés prémélangés dans une résine époxy DGEBA. La pipéridine (Sigma-Aldrich®) a été utilisée comme agent de durcissement [9].

III.2.2.2 Préparation des nanocomposites

Les nanocomposites ont été formulés en diluant les concentrés époxy-nanosilice avec de la résine époxy pure pour produire des époxydes avec des concentrations de nano-SiO₂ de 0 à 30% en volume. Les concentrés de DGEBA et de nano-SiO₂ ont été mélangés avec un agitateur mécanique à 85 °C pour abaisser la viscosité de la résine. Après dégazage sous vide pendant quatre heures, 5 pce d'agent de durcissement à la pipéridine ont été ajoutés au mélange puis agités mécaniquement sous vide pendant dix minutes. Enfin, le mélange a été versé dans un moule en acier préchauffé recouvert d'un agent de démoulage et durci thermiquement à 160 °C pendant 6 heures [9].

IV. Description du modèle de l'assemblage collé

IV.1. Géométrie

La géométrie adoptée est celle de l'assemblage collé en simple cisaillement. Elle correspond aux essais effectués pour la mise au point de ce modèle. Le joint à simple recouvrement collé par adhérence étudié dans le présent travail est représenté sur la figure 8. Les deux adhérents utilisés étaient des plaques en alliage d'aluminium (2024-T3) de dimensions 100 mm de long, 20 mm de large, 2 mm d'épaisseur. Les propriétés mécaniques des substrats sont les suivantes:

- coefficient de Poisson $\nu = 0,33$, module de Young $E = 72$ GPa.

Les propriétés mécaniques des adhésifs étudiés étaient :

- coefficient de Poisson $\nu = 0,33$, module de Young $E = 3,5$ GPa.

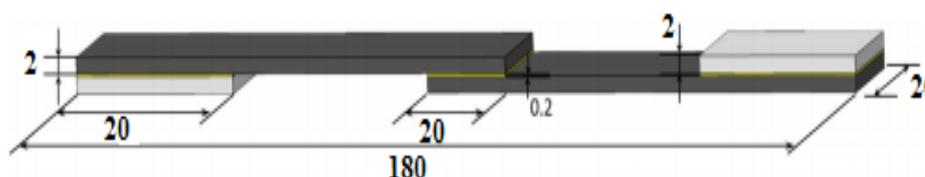


Figure 8: Géométrie du modèle.

IV.2 Maillage

Un maillage raffiné aux bords et à l'interface du joint adhésif, ce maillage régulier est réalisé pour tous les éléments de la structure tout au long de notre étude. Il est souvent essentiel d'utiliser des éléments propres au maillage pour se rapprocher des cas réels de comportement aux interfaces des assemblages collés (Fig.9).

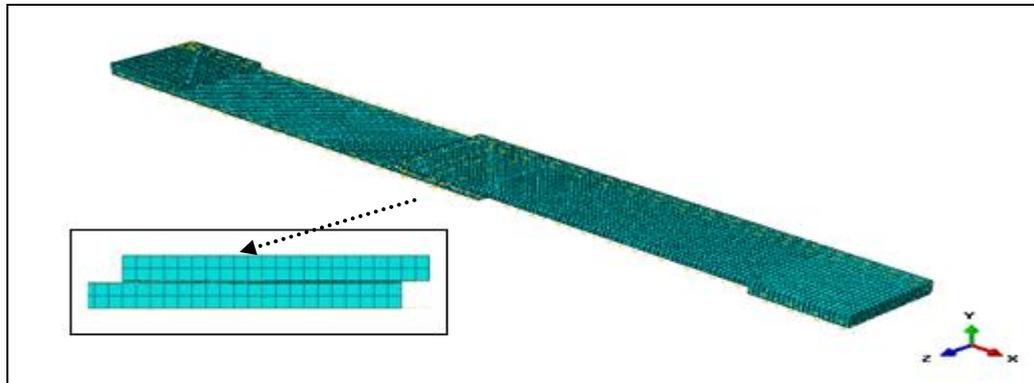


Figure 9: Maillage de l'assemblage collé.

IV.3 Les conditions aux limites

Les conditions aux limites à une extrémité du joint limitaient tous les degrés de liberté, à l'exception du déplacement longitudinal, alors que tous les degrés de liberté en translation et en rotation n'étaient pas autorisés à l'autre extrémité. Le déplacement a été réalisé par une contrainte $\sigma = 40$ MPa, qui limite le mouvement des nœuds de couplage au mouvement du corps rigide défini par le nœud de référence (Figure 10).

- La partie fixée : $U1 = U2 = U3 = 0 ;$
 $R1 \neq 0 ; R2 \neq 0 ; R3 \neq 0.$
- La partie mobile: $U1 \neq 0 ; U2 = U3 = 0 ;$
 $R1 \neq 0 ; R2 \neq 0 ; R3 \neq 0$



Figure 10 : Illustration des conditions aux limites et de chargement appliquées.

Les deux substrats ont été modélisés comme des matériaux élastiques parfaitement linéaires. Les adhésifs à différents pourcentage de nanoparticules ont été modélisés avec des propriétés de matériau élastique et élasto-plastique obtenues à partir des tracés de contrainte-déformation. Les analyses par la méthode des éléments finis (MEF) ont utilisés les deux modèles numériques élastiques et élasto-plastiques pour prédire les performances mécaniques des joints adhésifs.

Dans cette première partie de ce chapitre, une étude comparative entre le champ de contraintes de deux joints adhésifs l'un à comportement élastique linéaire et l'autre à comportement élasto-plastiques.

On présente la modélisation numérique 3D (MEF) d'un assemblage collé. Cette modélisation est effectuée avec le code de calcul ABAQUS. Le but est de modéliser un assemblage collé, qui est composé de deux substrats en aluminium 2024-T3, et de la résine époxy chargée de particules de nanosilice.

V. Effet des nanoparticules sur le comportement de la résine époxy

Le module de Young E des matériaux nanocomposites a été mesuré à l'aide d'échantillons de traction. Les résultats sont présentés dans le tableau 5 avec l'écart-type (calculé à partir d'au moins cinq échantillons). La présence des particules de nanosilice augmente le module, E du nanocomposite; où la valeur de E augmente régulièrement, le pourcentage en poids de la phase de silice augmente. L'effet de la teneur en particules de nanosilice sur le module d'Young est décrit dans le tableau 5.

Les constantes de la matrice et des charges utilisées dans les calculs sont répertoriées dans le tableau 5 et la figure 12 qui illustre la comparaison des modèles Halpin-Tsai, Kerner et Mori-Tanaka avec les données expérimentales du module de Young en fonction du pourcentage de volume de charges. Parmi ceux-ci, le modèle de Kerner donne la prédiction la plus raisonnable, même si ce modèle surestime encore légèrement le module de Young de composite à 30% en volume de charge. Le modèle Halpin-Tsai est en bon accord avec les données expérimentales uniquement à une fraction de faible volume jusqu'à $\sim 15\%$ en volume de charges. À une concentration plus élevée de charges, ce modèle s'avère surestimer les résultats expérimentaux. Le modèle de Mori-Tanaka fournit une bonne prédiction pour une fraction de volume relativement faible de charge, mais sous-estime légèrement les données expérimentales à plus de 7,5% en volume de charges [9].

Dimensions des nanoparticules de silice (SiO ₂) (nm)	Volume (%)	E (GPa)	σ_y (MPa)
Sans nanoparticules	0	3.50	85.2
23	2.5	3.50	82.9
	5	3.62	84.6
	10	4.24	85.8
	15	4.56	83.3
	20	4.78	86.1
	25	5.22	83.0
	30	5.53	82.0
74	2.5	3.67	80.3
	5	3.80	82.8
	10	4.15	83.1
	15	4.50	82.9
	20	4.76	80.5
	25	5.43	78.9
	30	5.60	78.4
174	2.5	3.50	83.2
	5	3.62	84.5
	10	4.25	84.4
	15	4.60	85.3
	20	4.87	85.0
	25	5.35	83.0
	30	5.78	82.6

Tableau 5 : Valeurs de module de Young de la résine époxy en fonction du volume et de la taille des nanoparticules de silice [9].

Les propriétés de la nanosilice et de la résine époxy utilisées sont données dans le tableau 6 :

Paramètres	Symbole	Valeur
Module de masse de la matrice époxy (GPa)	K_m	5.23
Module de masse de la particule de nanosilice (GPa)	K_f	35.35
Module de cisaillement de la matrice époxy (GPa)	G_m	1.24
Module de cisaillement de la particule de nanosilice (Gpa)	G_f	29.91
Module de Young de la matrice époxy (GPa)	E_m	3500
Module de Young de la particule de silice (GPa)	E_f	70
Coefficient de Poisson de la matrice époxy (GPa)	ν_m	0.39
Coefficient de Poisson de la particule de silice (GPa)	ν_f	0.17
CTE de la matrice époxy (ppm/°C)	α_m	81.5
CTE de particules de silice (ppm/°C)	α_f	0.55

Tableau 6 : Paramètres des matériaux utilisés [9]

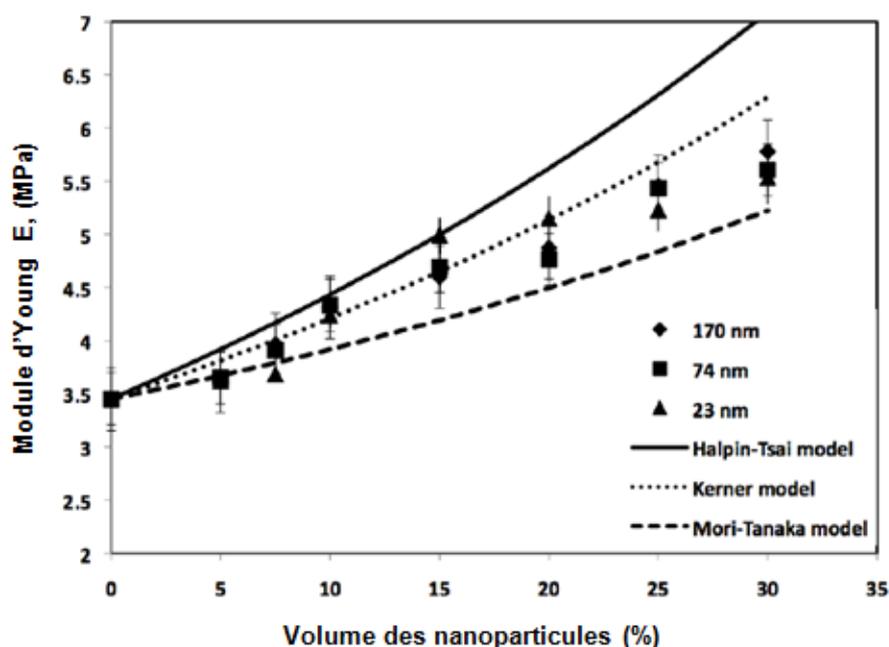


Figure 11: Module de Young de nanosilice en fonction de la teneur en charge par rapport à différentes tailles de particules de nanosilice [9].

VI. Analyse de l'Intégral J dans l'assemblage fissuré avec un comportement élastoplastique

Dans cette partie, on va analyser le même modèle et les mêmes conditions aux limites appliquée, mais cette fois-ci, notre assemblage sera modélisé dans le comportement élastoplastique

Pour un corps homogène élastique qui est soumis, en l'absence de forces de volume, à un champ de déformation bidimensionnel, RICE définit l'intégrale J par [10] :

$$J = \int_{\Gamma} (W dy - t \cdot \frac{\partial u}{\partial x} ds)$$

Où Γ est une courbe entourant le fond de fissure, l'intégrale étant évaluée dans le sens trigonométrique positif du bord inférieur vers le bord supérieur; W est la densité d'énergie de déformation,

$$W = \int_0^{\varepsilon} \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}$$

t est le vecteur traction défini suivant la normale extérieure au contour Γ , $t_i = \sigma_{ij} n_j$, u est le vecteur déplacement et ds est un élément d'arc de Γ .

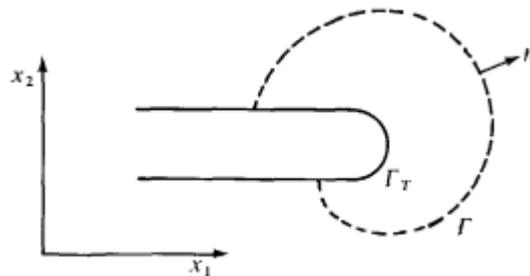


Figure 12 : Contour d'évaluation de J

RICE a montré que l'intégrale J est indépendante du contour d'intégration pourvu qu'il délimite un domaine simplement connexe. Il suppose seulement le matériau homogène élastique. On peut donc considérer des matériaux élastiques non linéaires (pour la relation contrainte-déformation) ce qui permet une analyse approchée des milieux élastoplastique. Ceci sort du domaine de notre étude. Dans un problème plan, l'intégrale J peut servir de critère de rupture car une translation de la fissure équivaut à une extension.

Références bibliographiques :

- [1] N. Srisawat, M. Nithitanakul, K. Srikulkit. "Spinning of fibers from polypropylene /silica composite resins". J. Compos. Mater, Vol. 46, n°1, 2011, pp 99-110.
- [2] A. Dorigato, M. D'Amato, A. Pegoretti. "Thermo-mechanical properties of high density polyethylene-fumed silica nanocomposites: effect of filler surface area and treatment". J. Polym. Res, Vol.19, 2012, pp 9889-9899.
- [3] L. Zu, X. Cui, Y. Liu. "Preparation and characterization of polypropylene/silica composite particle with interpenetrating network via hot emulsion sol-gel approach". Progr. Natur. Sci. Mater. Int, Vol. 24, 2014, pp 42-49.
- [4] Éric PAROISSIEN CONTRIBUTION AUX ASSEMBLAGES HYBRIDES (BOULONNÉS/COLLÉS) - APPLICATION AUX JONCTIONS AÉRONAUTIQUES
- [5] Jean-Baptiste Sauvage. Caractérisation et modélisation de l'adhérence dans les assemblages collés. Génie chimique. Université de Haute Alsace - Mulhouse, 2016. Français. NNT : 2016MULH9553.
- [6] Goodfellow. Catalogue en ligne Goodfellow, disponible sur: <http://www.goodfellow.com/catalogue/GFCatalogue.php?Language=F> [Internet]. [cited 2014 Mar 1] ;
- [7] Dow Plastics, a business group of The Dow Chemical Company and its subsidiaries, www.dowepoxy.com.
- [8] Freddy BENARD. Etude de l'influence des charges de silice sur le vieillissement des résines époxyde sous irradiation. Université du Maine.
- [9] PeerapanDittanet Fracture Behavior of SilicaNanoparticleFilled Epoxy Resin 2011
LehighUniversity
- [10] Simon H. 1994. Assemblage par collage. *Techniques de l'Ingénieur- traité plastiques et composites*, A3758.

Chapitre V

Résultats et discussions

Partie I

Effet des nanoparticules sur la distribution des contraintes dans le joint adhésif

Modélisation numérique

La géométrie adoptée est celle de l'assemblage collé en simple cisaillement. Elle correspond aux essais effectués pour la mise au point de ce modèle. Le joint à simple recouvrement collé par adhérence étudié dans le présent travail est représenté sur la figure 8 (voir chapitre III).

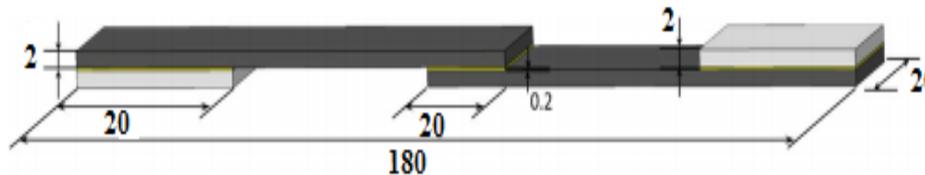


Figure III.8: Géométrie du modèle.

Un maillage raffiné aux bords et à l'interface du joint adhésif, ce maillage régulier est réalisé pour tous les éléments de la structure tout au long de notre étude. Contrairement aux assemblages boulonnés qui affaiblissent le substrat au voisinage des trous de boulons, la liaison adhésive assure un transfert de charge plus uniforme entre les substrats. En conséquence, un comportement efficace entre le substrat et les éléments de support peut être obtenu. La sélection était basée sur les performances mécaniques des joints à simple recouvrement soumis à des charges statiques et cette étude vise à comprendre le comportement mécanique des joints adhésifs.

I.1 Effet du volume des nanoparticules de silice sur les contraintes

En se reportant à la figure 3 du chapitre 4, Il est évident que les forces f ne sont pas colinéaires. Par conséquent, un moment de flexion apparaît inévitablement avec le chargement. Ce moment est responsable des contraintes de pelage, qui viennent s'ajouter aux contraintes de cisaillement. Tout comme pour le cisaillement, ces nouvelles contraintes sont réparties de façon symétrique. Elles sont aussi plus intenses aux extrémités de l'assemblage avec une région centrale peu affectée. Pour valider notre modèle numérique avec les modèles analytiques proposées par d'autres chercheurs, on s'intéresse dans cette première partie de notre étude à une simple analyse élastique linéaire de la résine époxy. Les figures 1-3 illustrent respectivement la variation de la contrainte de von Mises σ , de la contrainte de cisaillement σ_{xy} et de la contrainte de pelage σ_{yy} dans la zone de recouvrement avec et sans la présence des nanoparticules dans la résine époxy. Le champ de contraintes est évalué numériquement par la méthode des éléments finis pour les trois pourcentages de nanoparticules sphériques 2,5 %, 15 % et 30 % dont le diamètre est d'environ 23 nm. Quelle

que soit la quantité de nanoparticules ajoutée dans la matrice époxyde, on constate que les contraintes maximales de Von Mises sont localisées aux deux extrémités libres de l'assemblage collé. Cependant, le cœur de l'adhésif reste inactif où le champ de contraintes de cisaillement ou de pelage est pratiquement nul. On note également que les contraintes de pelage sont légèrement supérieures à celles du cisaillement. Ces contraintes de pelage sont le résultat d'un moment de flexion qui provoque la tension et la compression aux deux extrémités du joint adhésif. Les résultats obtenus montrent que les courbes des contraintes sont quasiment similaires car le taux de nanoparticules étant relativement inférieur au volume de la résine, il varie de 2,5 % à 30 %. Egalement, on note que l'augmentation du taux de nanoparticules entraîne une augmentation de la contrainte maximale. On observe que la contrainte maximale croît proportionnellement à la quantité de nanoparticules insérées dans la matrice adhésive. Ceci est du probablement au comportement linéaire élastique de l'adhésif.

L'ajout de nanoparticules sphériques inorganiques au polymère permet la modification des propriétés mécaniques du polymère ainsi que la mise en œuvre de nouvelles fonctionnalités dans la matrice polymère.

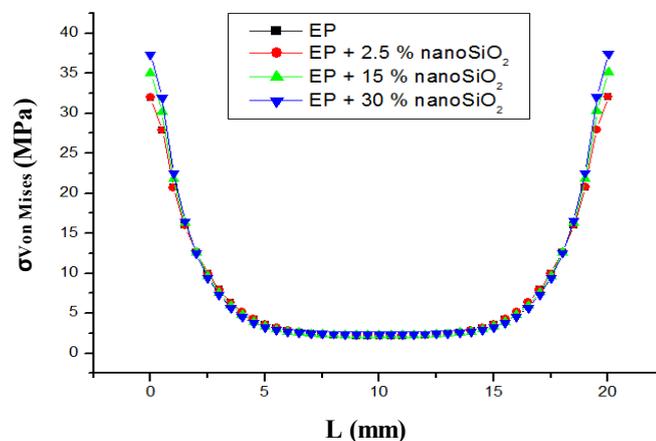


Figure 1 : Variation des contraintes de Von Mises

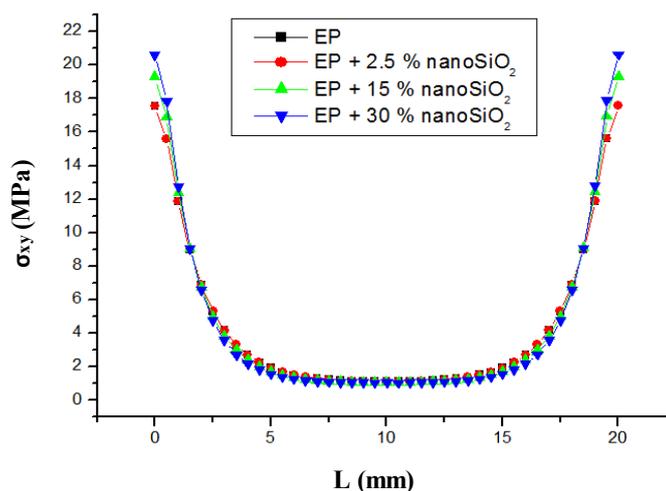


Figure 2 : Variation des contraintes de cisaillement σ_{xy}

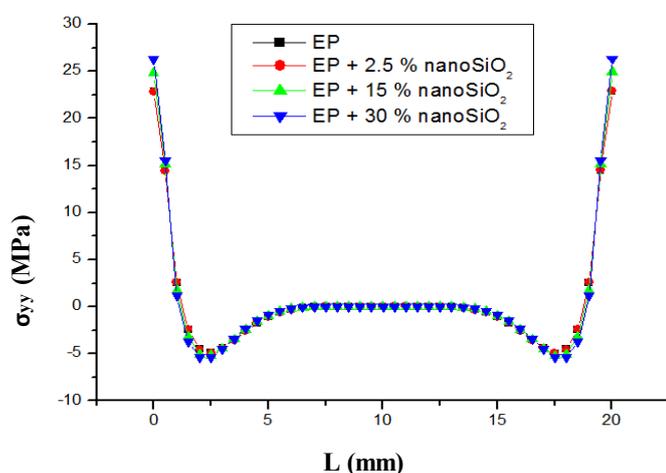


Figure 3 : Variation des contraintes de pelage σ_{yy}

I.2 Effet de la taille des nanoparticules de silice sur la contrainte équivalente

La figure 4 représente la variation de la contrainte maximale de von Mises en fonction du taux de charges pour les trois diamètres de nanoparticules. On note que quelle que soit la taille des nanoparticules, la valeur maximale de la contrainte équivalente varie proportionnellement au taux de nanoparticules ajoutées dans l'adhésif, ce qui confirme les résultats obtenus précédemment. Il est également noté que l'augmentation de la contrainte est due à un accroissement du module d'Young du joint adhésif. Ce dernier se comporte comme un matériau fragile dont le module d'Young augmente avec la quantité de nanoparticules ajoutée dans l'adhésif. Quel que soit le pourcentage de nanoparticules de silice dans la matrice du polymère, on constate que le diamètre des nanoparticules a une faible influence sur la valeur de la contrainte maximale équivalente.

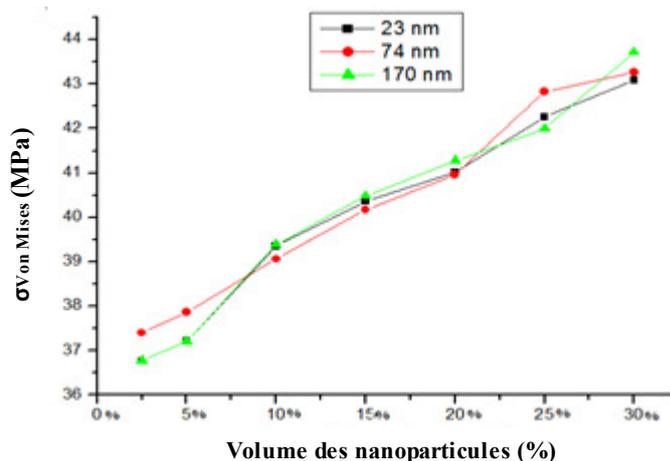


Figure 4 : Variation des contraintes maximales de Von Mises en fonction de la taille des nanoparticules

I.3 Effet du volume des nanoparticules de silice sur les déformations

Les figures 5-7 montrent la variation de la déformation ε_{xx} , ε_{xy} et ε_{yy} en fonction de la longueur du joint adhésif sans et avec des nanoparticules de silice sphériques dont le diamètre égal à 23 nm. Les courbes de déformation ont été tracées pour les trois pourcentages de nanoparticules de silice 2,5%, 15% et 30%. Il est à noter que les déformations maximales se situent au niveau des extrémités de l'assemblage. Les courbes de déformations linéaires et angulaire montrent clairement que l'augmentation du volume des nanoparticules de silice entraîne une diminution de la déformation maximale. On constate aussi que la variation de la déformation maximale est inversement proportionnelle au taux de nanoparticules dans la matrice époxy. En effet, le renforcement de la matrice par des nanoparticules de type céramique conduit à une augmentation de la rigidité du joint adhésif et par conséquent à un décroissement de la déformation maximale.

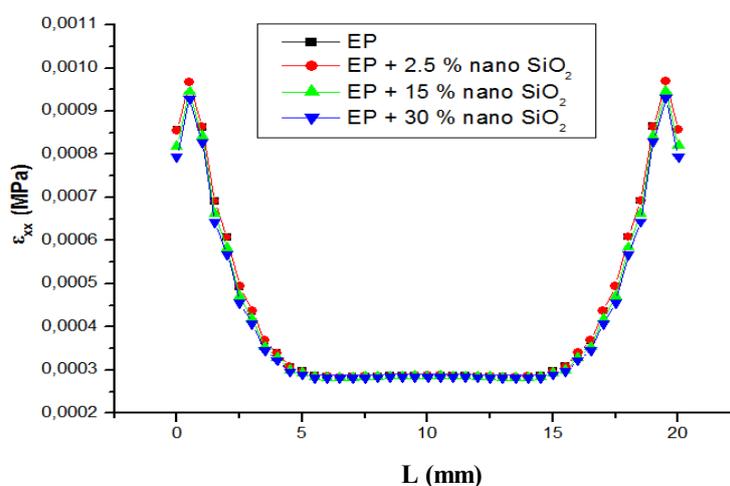


Figure 5 : Variation de la déformation ε_{xx} .

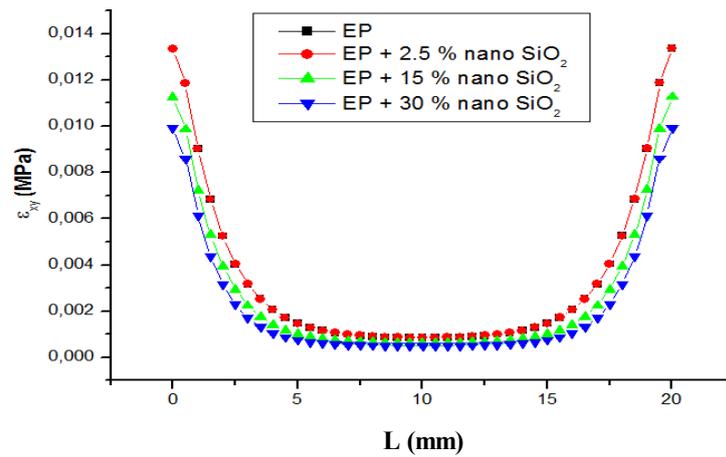


Figure 6 : Variation de la déformation ϵ_{xy} .

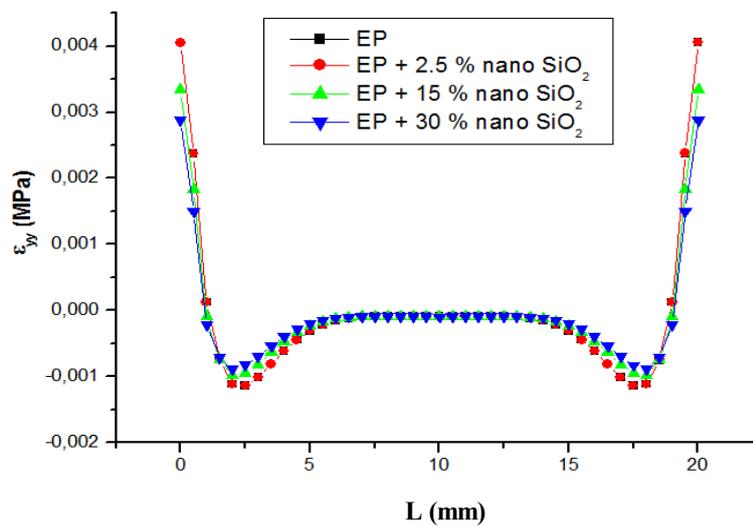


Figure 7: Variation de la déformation ϵ_{yy} .

I.4 Effet de la taille des nanoparticules de silice sur les déformations

La figure 8 illustre la variation de la déformation ϵ_{\max} en fonction du taux de charges pour les trois diamètres 23 nm, 74 nm, 170 nm des nanoparticules. On note que quel que soit le pourcentage de nanoparticules de silice, la différence entre les déformations maximales, qui correspondent aux différents diamètres des nanoparticules de silice, est relativement faible. En effet, les résultats obtenus montrent que la déformation maximale est presque indépendante des diamètres des nanoparticules.

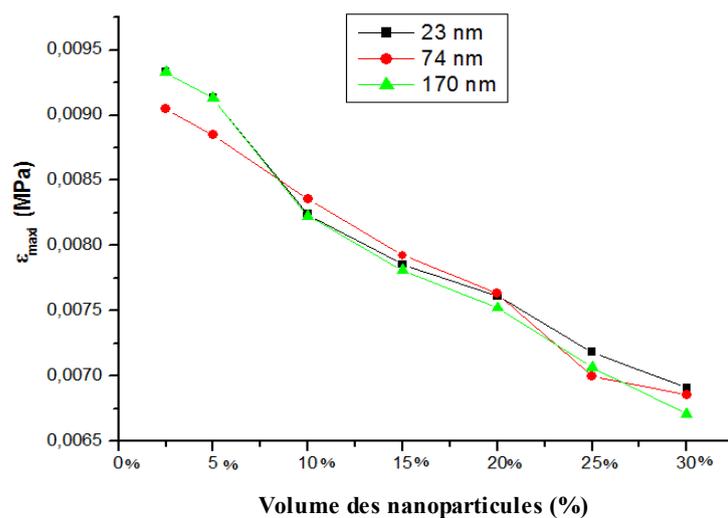


Figure 8 : Variation des déformations en fonction de la taille des nanoparticules

Cette étude nous a permis d'une part de confirmer que les résultats déterminés par notre modèle numérique d'un assemblage de collage à simple recouvrement est en bonne corrélation avec ceux obtenus analytiquement par d'autres chercheurs et d'autre part de déduire que l'ajout des nanoparticules dans un matériau à comportement élastique n'est pas rentable parce que il ne contribue pas à l'amélioration de la résistance du matériau.

Partie II

Etude du comportement des fissures dans les assemblages de collage

Il existe plusieurs manières pour un joint de colle de rompre dans un assemblage collé. La rupture cohésive dans l'adhésif intervient lorsque ses caractéristiques mécaniques sont moins importantes que celles de l'interface adhésif/substrat. La zone de rupture apparaît au sein du matériau. Cependant, la rupture adhésive intervient lorsque la rupture a lieu au niveau de l'interface adhésif/substrat. L'application de la modélisation par éléments finis aux assemblages collés est courante dans l'étude des essais d'adhérence [1]. Elle permet de comprendre l'évolution des contraintes et déformations au sein de la structure et regarder plus finement le comportement du joint d'adhésif.

La fissure est initiée par un défaut présent au milieu de l'épaisseur de l'adhésif et plus particulièrement le long de la largeur de la plaque comme le montre la figure 9. Cette approche est basée sur la propagation de la fissure et l'évaluation de l'énergie de rupture. Le but de ce travail est d'étudier le comportement du joint d'adhésif en fonction de la variation du volume des nanoparticules de silice (SiO_2) dispersés dans la résine d'époxy pour les trois longueurs de fissure $a = 0.5\text{mm}$, $a = 1.5\text{mm}$ et $a = 2.5\text{mm}$.

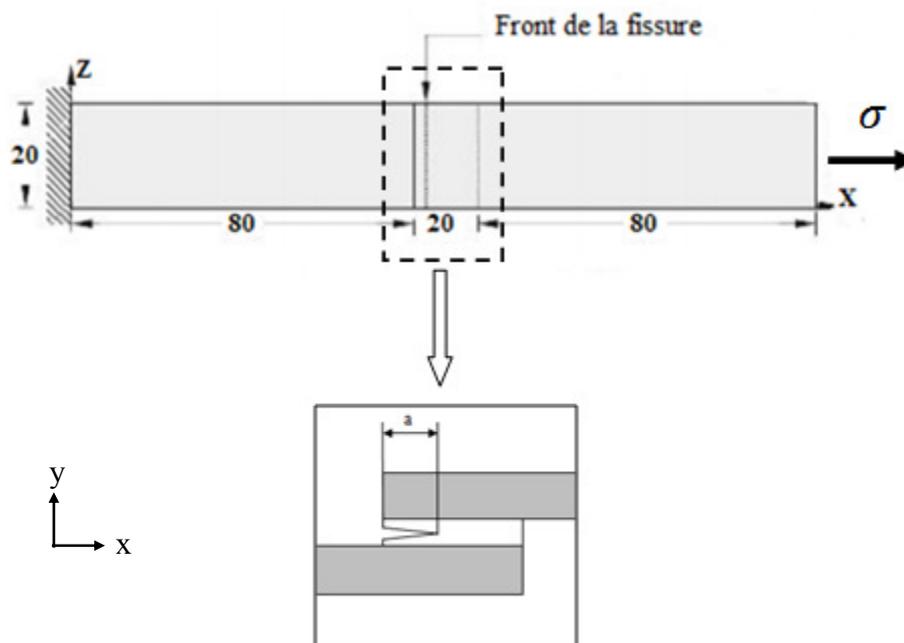


Figure 9 : Modèle géométrique en présence de la fissure latérale.

D'un point de vue mécanique, on peut distinguer schématiquement, dans un milieu fissuré, trois zones successives. La première zone se trouve à la pointe de fissure et dans le

sillage laissé par la fissure au cours de sa propagation. L'étude de cette zone est très complexe à cause des contraintes importantes qui ont fortement endommagé le matériau. Elle est discontinue au sens de la mécanique des solides. La théorie classique de la mécanique de la rupture réduit cette zone à un point pour les problèmes bidimensionnels et à une courbe pour les problèmes tridimensionnels.

II.1 Conditions aux limites :

Les conditions aux limites appliquées sont classiques pour les modèles de traction de joints à simple recouvrement. Le joint est orienté suivant la direction x , z est la direction de la largeur, y la direction normale au plan de joint.

Blocage à gauche : les nœuds situés sur la face extrême gauche du joint sont bloqués en translation dans les directions X , Y et Z , et en rotation dans la direction z .

Traction à droite : les nœuds situés sur la face extrême droite du joint sont bloqués en translation dans les directions Y et Z , et en rotation dans la direction z . La sollicitation de traction de 40 MPa est appliquée dans la direction X .

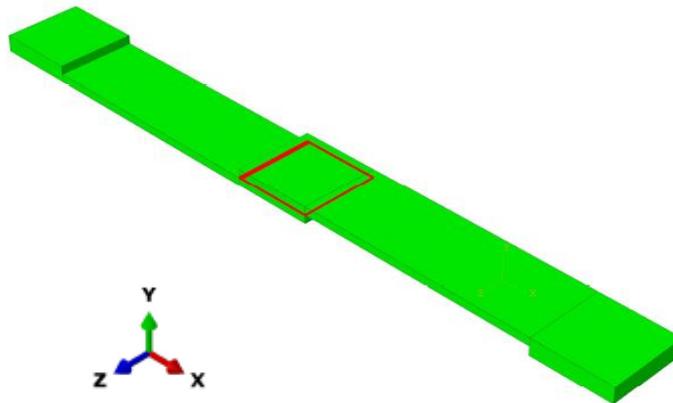


Figure 10 : Modèle de l'assemblage collé

II.2 Effet des nanoparticules de silice sur la propagation des fissures

Quel que soit le matériau, massif ou revêtu, fragile ou ductile, il existe des méthodes basées sur l'essai d'indentation qui permettent d'estimer la ténacité K_{IC} avec une incertitude. La ténacité, représentée par le facteur d'intensité de contrainte critique K_{IC} , exprime la résistance d'un matériau à la propagation brutale des fissures. Les facteurs d'intensité de contrainte peuvent alors être comparés à une valeur critique appelée ténacité du matériau K_{IC} .

La méthode du facteur d'intensité de contrainte est basée sur la distribution du champ de contraintes au bord du front de fissure. Avant de procéder à l'analyse des contraintes des corps fissurés, il est important de souligner les modes de base de chargement en fond de fissure. Il existe généralement trois modes de base de déformation en fond de fissure, comme illustré sur la figure 11. Le mode I (mode d'ouverture) est le mode d'ouverture ou de traction où le plan de la fissure est normal à la direction de la charge de traction. Le mode II (mode par glissement droit) et le mode III (mode par déchirement) sont respectivement des modes de cisaillement dans le plan et de déchirement hors du plan. La différence entre les modes II et III est que la direction de cisaillement dans le premier cas est parallèle au plan de la fissure et normale au front de fissure tandis que la direction de cisaillement dans le mode III est parallèle au plan de la fissure et au front de fissure.

En réalité, une fissure peut être chargée dans l'un de ces trois modes ou en combinaison de ces trois modes. L'intensité de contrainte dans n'importe quelle situation de mode est directement proportionnelle à la charge appliquée sur le matériau.

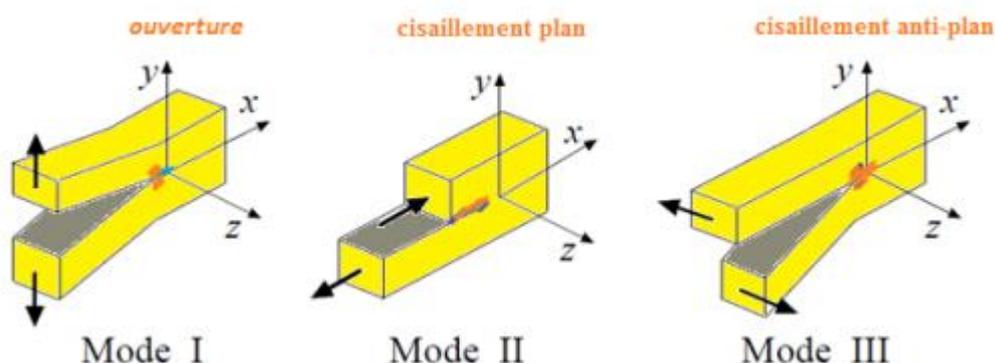


Figure 11 : Définition des modes de sollicitation.

II.2.1 Comportement élastique de l'adhésif

a- Analyse des facteurs d'intensité de contrainte K_I et K_{II}

La figure 12 représente la variation du facteur d'intensité de contrainte K_I en mode I pour une fissure de taille $a = 0.5$ mm. Afin d'illustrer l'influence du volume des nanoparticules sur le comportement d'un joint collé comportant une fissure latérale plane à fond droit, placée à l'extrémité gauche de l'assemblage. On remarque que l'effet du volume des nanoparticules dans le joint adhésif est très visible car le facteur d'intensité de contrainte augmente fortement. En effet, sur la figure 12a, le facteur d'intensité de contrainte K_I atteint une valeur maximale $K_{I_{max}}$ au milieu du front de fissure et une valeur minimale aux bords

libres du joint adhésif. On constate aussi que les faibles valeurs 2.5 et 5% de volume des nanoparticules n'affectent pas beaucoup les valeurs du FIC, au-delà de ces valeurs le FIC K_I augmente presque proportionnellement à l'accroissement du volume des nanoparticules. La figure 12b représente la variation du FIC $K_{I_{max}}$ en fonction de la quantité de nanosilice dispersée dans le joint adhésif. On note que ce résultat confirme ce qui a été obtenu précédemment, car pour un joint sans nanosilice (0%), le FIC K_I égal à $33 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{0.5}$ cette valeur reste constante jusqu'à un pourcentage de 2.5%, au delà de cette quantité le paramètre $K_{I_{max}}$ croît avec l'accroissement du taux de nanoparticules et il atteint la plus grande valeur $43 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{0.5}$ correspondante au 30% de nanoparticule. les résultats montrent clairement que l'addition des nanoparticules dans le joint adhésif n'a aucun effet bénéfique si le comportement de la colle est supposée purement élastique. Cette augmentation de nanoparticules affaiblit la résistance du joint adhésif et favorisent la propagation de la fissure dans le matériau. Les contraintes sont importantes en front de fissure ce qui contribue d'avantage à un endommagement local du matériau.

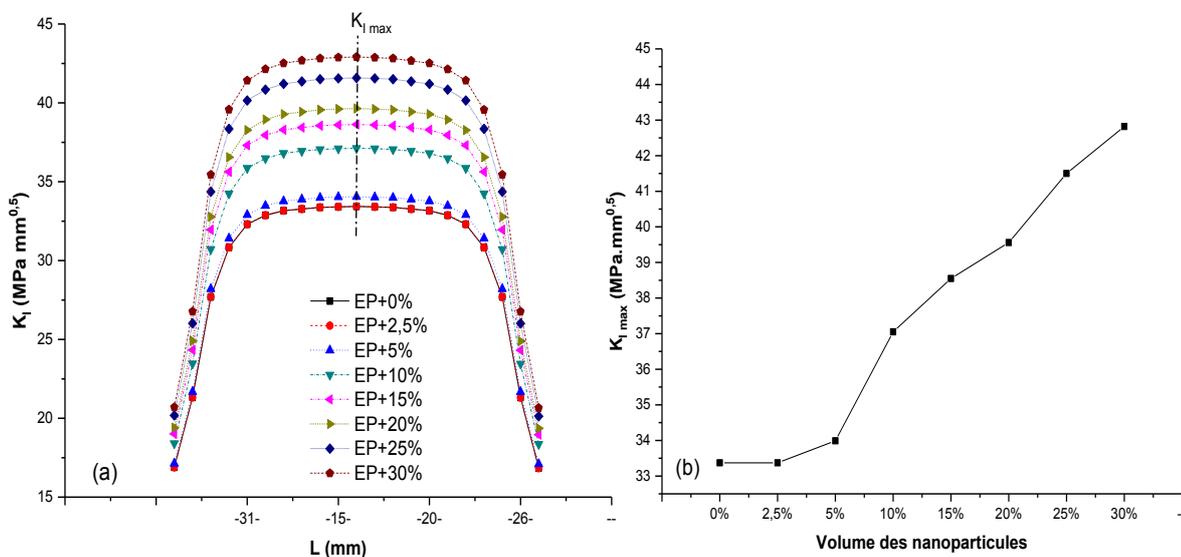


Figure 12 : (a) Variation du FIC K_I suivant le front de fissure, (b) variation de du FIC $K_{I_{max}}$ en fonction du volume des nanoparticules.

La sollicitation en traction de l'assemblage collé provoque aussi le mode de rupture mixte II. La figure 13a représente la distribution du paramètre K_{II} suivant le long du front de fissure, pour une fissure de longueur $a = 0.5 \text{ mm}$ et différentes portions de nanoparticules dans le

joint d'adhésif. On constate que le FIC K_{II} présente un comportement analogue à celui du FIC K_I avec une valeur maximale au milieu du joint égale à $36 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{0.5}$, l'effet de bord est aussi présent pour ce mode car le FIC K_{II} décroît et reste constant aux extrémités du joint. La figure 13b représente la variation du $K_{II \text{ max}}$ en fonction du volume des nanoSiO_2 , les valeurs du $K_{II \text{ max}}$ sont indépendantes pour des faibles valeurs du volume des nanoparticules dans l'intervalle 0% - 5%, au-delà de cette valeur le mode de cisaillement devient proportionnel au volume des nanoSiO_2 ce qui affaiblit le matériau et rend l'assemblage instable sous l'effet des contraintes de cisaillement.

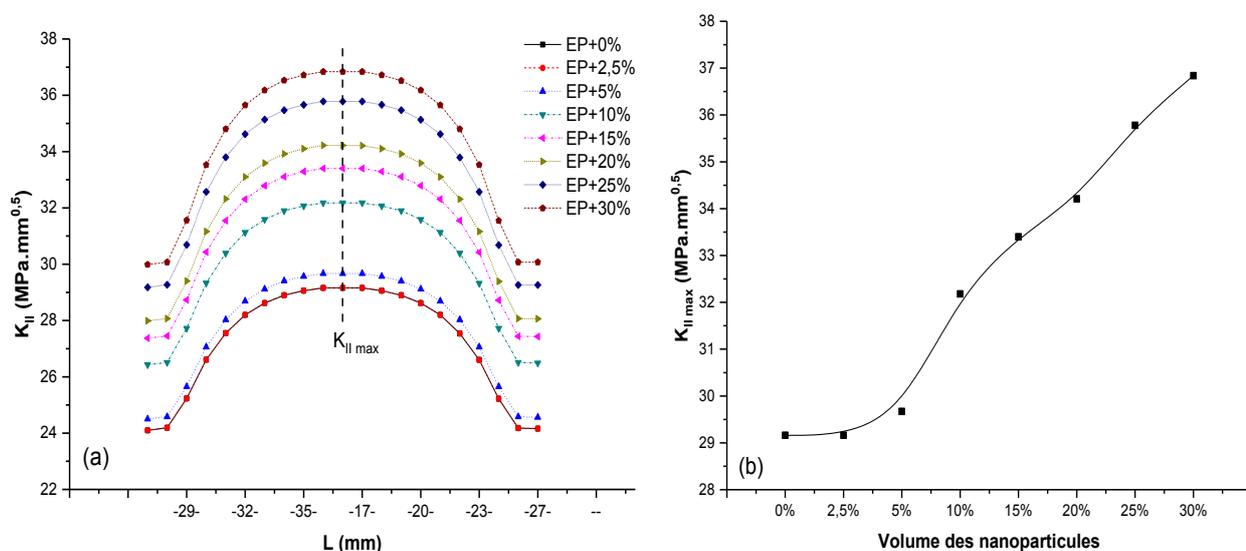


Figure 13: (a) Variation du FIC K_{II} suivant le front de fissure, (b) variation du paramètre $K_{II \text{ max}}$ en fonction du volume des nanoparticules.

b- Analyse des valeurs maximales des FIC K_I et K_{II} pour différentes longueurs de fissure dans un joint renforcé avec un taux de 30% des nanoparticules.

Pour un assemblage collé, l'avancement de la fissure dans le joint d'adhésif est un problème majeur.

La figure 14 représente la variation du $K_{I \text{ max}}$ en fonction de la taille de la fissure et pour un taux de 30% de nanoparticules. On note que la distribution du FIC K_I le long du front de fissure est semblable à celle de la figure 12a, on constate que le FIC $K_{I \text{ max}}$ augmente proportionnellement à la longueur de la fissure.

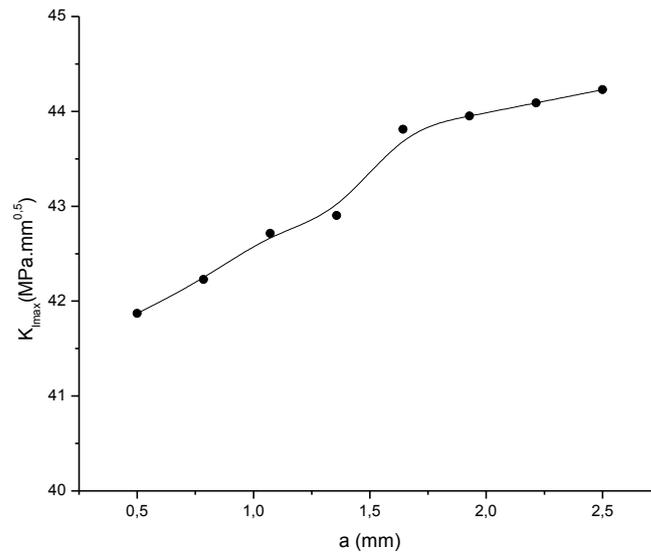


Figure 14 : Variation du paramètre $K_{I_{max}}$ en fonction de la taille de fissure.

Le mode II est aussi présent avec l'avancement de la fissure. En effet, l'allure des courbes du facteur d'intensité de contrainte K_{II} évalué au front de fissure pour les différentes longueurs de fissure est semblable à celle de la plus petite taille de la fissure (Fig.13a). La figure 15 illustre la variation du FIC $K_{II_{max}}$ en fonction de la longueur de fissure. On constate que le paramètre $K_{II_{max}}$ est proportionnelle à l'avancement de la fissure ce qui induit que l'adhésif est plus sollicité en cisaillement qu'en mode d'ouverture, on remarque aussi qu'il y a deux pentes, la première est aiguë entre $0.5\text{mm} < a < 1.5\text{mm}$ et la deuxième est moins acérée entre $1.5\text{mm} < a < 2.5\text{mm}$.

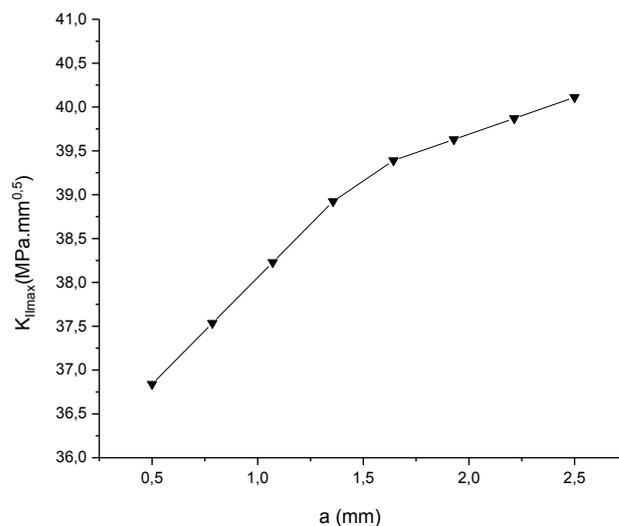


Figure 15 : Variation de $K_{II_{max}}$ en fonction de la taille de fissure.

II.2.2 Comportement élastoplastique de l'adhésif

La ductilité est au sens macroscopique la capacité d'un matériau à se déformer plastiquement de façon relativement importante avant rupture et au sens microscopique, elle caractérise un matériau qui s'endommage par formation de cavités qui croissent par déformation plastique [2].

Le comportement de l'adhésif est celui d'un matériau élastoplastique dont l'influence sur la résistance est uniquement gouvernée par son énergie de déformation. De plus, la plasticité de l'adhésif augmente considérablement la résistance à la rupture. Il est donc préférable d'avoir un joint adhésif ductile, comme par exemple une époxyde dont la ténacité a été augmentée, car il se fissurera avant de rompre, redistribuera les contraintes et limitera la concentration des contraintes aux extrémités de l'assemblage.

a- Analyse de l'intégral J

La figure 16 représente la variation de l'intégral J en fonction du volume des nanoparticules dans le joint adhésif et pour une fissure de longueur $a = 0.5$ mm. La figure 16a montre que la courbe de l'intégral J est symétrique par rapport au milieu de la largeur de la surface de recouvrement. Quel que soit la proportion de nanosilice dans l'époxyde, ce paramètre atteint une valeur maximale J_{max} au niveau de cette zone puis il diminue jusqu'à une valeur minimale aux bords du joint. On constate aussi que pour un faible pourcentage de nanoparticules inférieur ou égal à 10% l'intégral J n'est pas affecté. La valeur du paramètre J_{max} dépend du volume des nanoparticules.

La figure 16b représente la variation du paramètre J_{max} en fonction de la quantité de nanosilice dans l'adhésive. On observe que la variation de paramètre J_{max} est inversement proportionnelle à la quantité de nanoparticules. L'ajout de la nanosilice a eu un impact significatif sur le module de Young et la ténacité à la rupture. En effet, l'augmentation de la ténacité d'un matériau signifie une amélioration de la résistance à la propagation d'une fissure au sein d'un matériau.

Cette déformation plastique provoquée par la présence de ces particules au niveau du front de fissure permet de réduire la concentration locale des contraintes rendant le matériau plus résistant à une charge plus importante avant que la propagation de la fissure ne se produise.

Cette diminution indique que le volume des nanoparticules limite la zone plastique et diminue la rupture de l'adhésif en stoppant la propagation de la fissure.

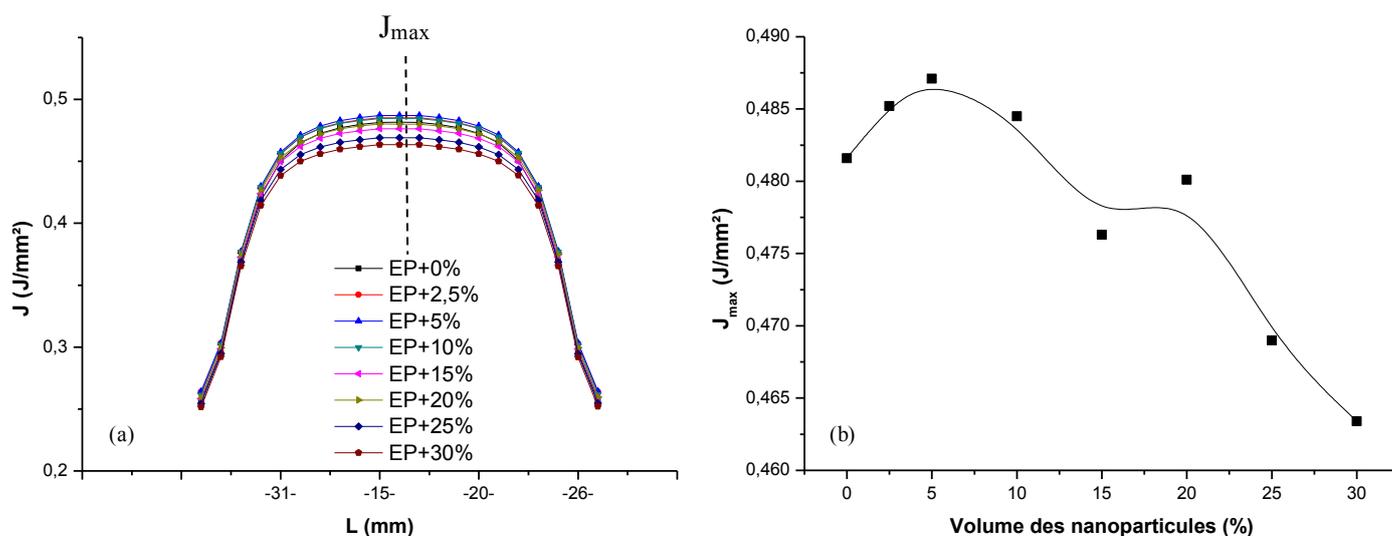


Figure 16 : (a) Variation de l'intégral J suivant le front de la fissure,
(b) Variation de J_{max} en fonction du volume des nanoparticules.

b-Analyse des valeurs de l'intégral J pour différentes longueurs de fissure dans un joint renforcé par des nanoparticules avec un taux de 30%

La figure 17a illustre la variation de l'intégral J en fonction de la longueur de fissure et suivant le front de fissure pour un taux de 30% de nanoparticules dans le joint d'adhésif. On remarque que l'allure de la courbe de l'intégral J est semblable pour les trois longueurs de fissure, la valeur maximale de l'intégral J est atteinte au milieu de la largeur de recouvrement (Fig.16a). Les résultats montrent que le paramètre J_{max} dépend de la taille de fissure, effectivement, un accroissement de la longueur de fissure conduit à l'augmentation du paramètre J_{max} .

La figure 17b représente la variation du paramètre J_{max} en fonction du volume de nanoSiO₂ pour les trois longueurs de fissure. Quel que soit la taille de fissure, on constate que le paramètre J_{max} est quasiment constant pour un taux de nanoparticules inférieur ou égal à 15%. Au-delà de cette valeur le paramètre J_{max} diminue avec l'augmentation du volume de nanoSiO₂. Cette diminution du paramètre J_{max} est plus marquée pour les petites fissures. Ces résultats montrent que le volume des nanoparticules a une influence sur le comportement en

rupture d'un joint adhésif fissuré. L'utilisation des solutions de nanoparticules pour ralentir la propagation de fissures dans la résine d'époxy, voire même pour les arrêter.

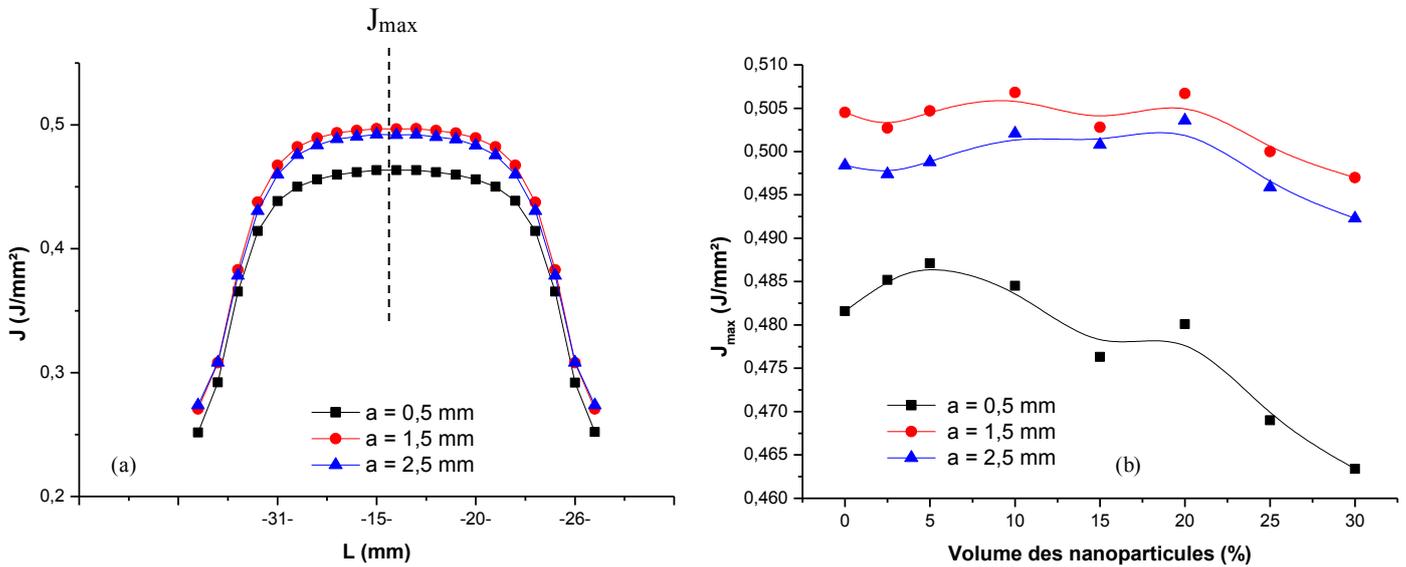


Figure 17 : (a) Variation de l'Intégral J pour différentes longueurs de fissure avec un taux de 30%
 (b) Variation du paramètre J_{max} pour différentes longueurs de fissure en fonction du volume des nanoparticules.

Partie III

Effet des nanoparticules sur la distribution
des contraintes suivant la longueur de
recouvrement du joint adhésif fissuré

III.1 Effet des nanoparticules sur la distribution des contraintes suivant la longueur du joint adhésif fissuré.

III.1.1 Comportement élastique de l'adhésif

En analysant les résultats de simulation de notre assemblage soumis à une traction uniaxiale $\sigma = 40$ MPa. Les figures 18-20 illustrent respectivement la distribution et l'intensité de la contrainte de von Mises σ , de cisaillement σ_{xy} et de pelage σ_{yy} suivant la longueur du joint adhésif (ligne virtuelle sur la médiane du joint) pour une fissure de taille $a = 0.5$ mm et pour les différents pourcentages des charges de tailles nanométriques jouant le rôle de renfort rigide pour la résine d'époxy.

La figure 18a montre que quel que soit le taux de nanoparticules intégrés dans le joint adhésif les contraintes de Von Mises sont pratiquement nulles au bord gauche de la colle, elles atteignant des valeurs maximales en front de fissure. Par conséquent, le comportement de la fissure se caractérise par le transfert de l'énergie potentielle de la structure en énergie de décohésion au voisinage proche du front de fissure. Si l'énergie de restitution dépasse un seuil critique alors la fissure se propage. En dépassant le front de la fissure, les contraintes se baissent vers des valeurs presque nulles au milieu du joint où l'assemblage est soulagé, puis elles remontent au bord droit de l'adhésif sous l'effet de bord en montrant l'effet d'arrachement et du cisaillement.

Les valeurs des contraintes maximales au voisinage du front de fissure sont représentés sur la figure 18b. Les contraintes de Von Mises sont constantes pour des faibles portions de nanoparticules $< 5\%$, au delà de cette valeur une proportionnalité linéaire est observée entre les contraintes de Von Mises et la quantité de nanoparticules de silice dans la résine d'époxy. En avariant le taux de nanoparticules dans l'intervalle $0\% - 30\%$, on observe que la contrainte de Von Mises passe de 251 MPa à 317 MPa.

On peut clairement constater que le défaut joue un rôle important sur la valeur de la contrainte, et donc directement sur la résistance mécanique du joint d'adhésif, en particulier lorsque le défaut se trouve à proximité du bord libre de l'adhésif. Le défaut provoque de contraintes élevées dans la couche d'adhésif. Ces concentrations de contraintes donnant lieu à des contraintes qui sont trop élevées et peuvent amorcer les fissures au niveau de ces défauts, ce qui provoque la rupture de l'adhésif.

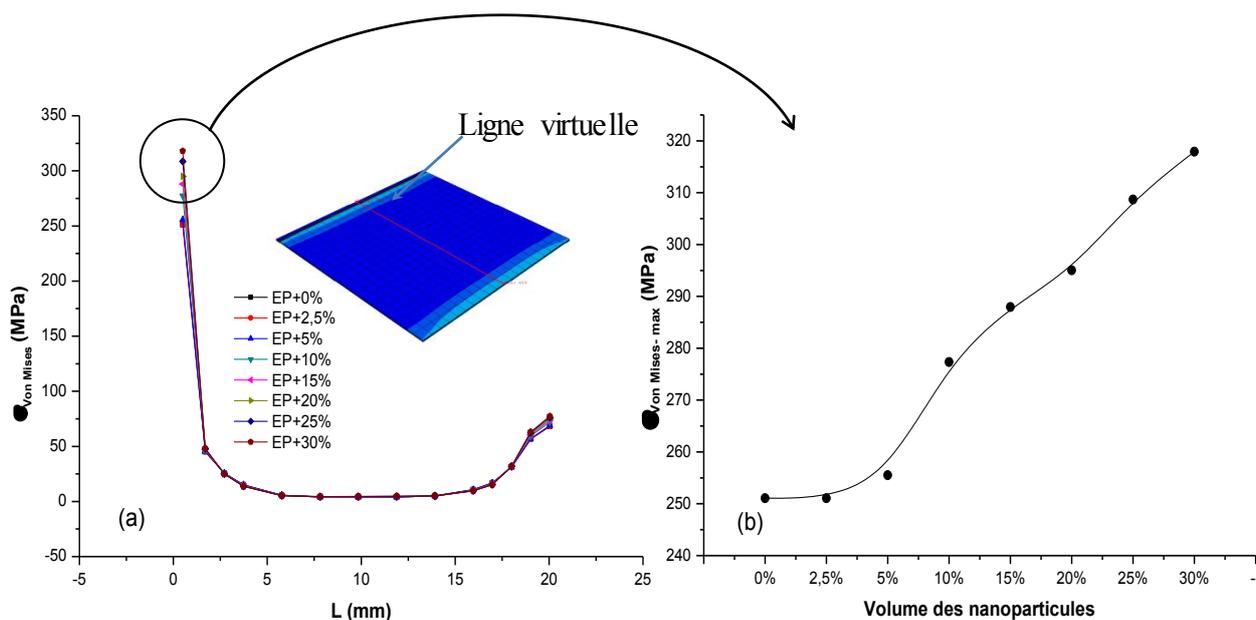


Figure 18 : (a) Distribution des contraintes de von Mises suivant la longueur de recouvrement du joint adhésif,

(b) les contraintes maximales de von Mises en fonction du volume des nanoparticules.

La figure 19a montre la variation de la contrainte de cisaillement σ_{xy} en fonction de la longueur de l'assemblage comportant une fissure. On constate que l'allure de la courbe de la contrainte de cisaillement est semblable à celle de la contrainte de von Mises mais son amplitude est inférieure à celle de la contrainte équivalente. La figure 19b montre que la contrainte maximale de cisaillement en tête de fissure sont indépendantes d'un taux de nanoparticules inférieur à 5%, au delà de cette valeur on remarque que l'augmentation du volume des nanoparticule conduit à une augmentation des contraintes maximales de cisaillement. En effet, 30 % de nanoparticules engendre une contrainte maximale de cisaillement dont l'intensité est environ 1.6 plus grande que celle d'un joint non renforcé. On note que les charges nanométriques intégrés dans un matériau à comportement linéaire, augmentent sa rigidité mais ils n'améliorent pas sa résistance à la propagation des fissures.

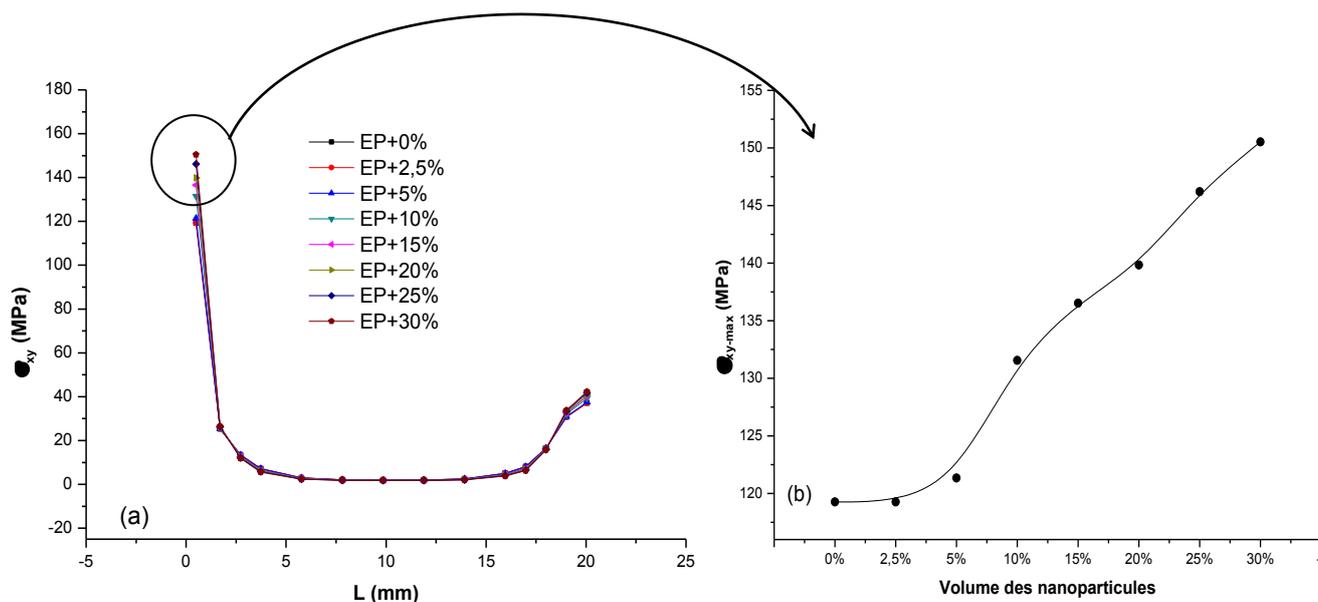


Figure 19 : (a) Distribution des contraintes de cisaillement σ_{xy} dans le joint, (b) contraintes maximales de σ_{xy-max} en fonction du volume des nanoparticules.

La figure 20a montre la variation de la contrainte de pelage σ_{yy} en fonction de la longueur de recouvrement d'un joint adhésif comportant une fissure latérale de longueur constante. On constate une concentration de contraintes de pelage au front de fissure qui croît avec l'accroissement du taux de nanoparticules. Cependant, le cœur de l'adhésif reste inactif dans la plupart des cas. Tandis que le bord droit du joint enregistre une contrainte de pelage aussi importante, égale à 43 MPa. La figure 20b montre que la contrainte maximale de pelage augmente avec l'augmentation de la quantité de nanoparticules de silice dans la résine d'époxy. La différence de contrainte maximale de pelage est 43MPa entre un adhésif renforcé avec 30 % de charges SiO_2 et un autre adhésif sans renforcement.

Le voisinage du front de fissure est marqué par une intensification des contraintes de cisaillement et de pelage avec l'augmentation du taux de nanoparticules dans l'adhésif. L'ajout des nanoparticules dans le joint adhésif permet de modifier ses propriétés mécaniques. Mais ce renforcement n'a aucun effet sur l'amélioration de la résistance des adhésifs si leur comportement mécanique est supposé purement élastique.

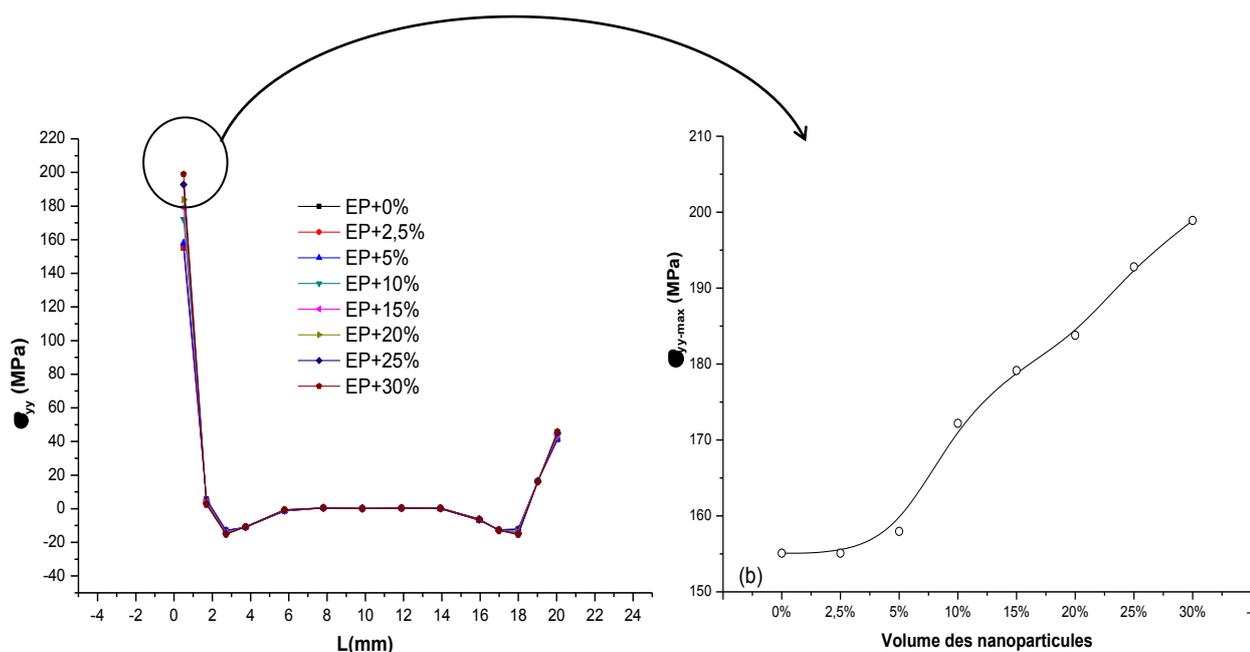


Figure 20: (a) Distribution des contraintes de pelage σ_{yy} suivant la longueur de recouvrement du joint adhésif,
 (b) contraintes maximales $\sigma_{yy,max}$ en fonction du volume des nanoparticules.

III.1.2 Comportement élastoplastique de l'adhésif

Les figures 21-23 illustrent respectivement la variation des contraintes de von Mises $\sigma_{Von\ mises}$, de cisaillement σ_{xy} et de pelage σ_{yy} en fonction de la longueur du joint adhésif fissuré et à comportement élastoplastique et pour une longueur de fissure égale à 0.5 mm. (ligne virtuelle sur la médiane du joint). En analysant les résultats de simulation de notre assemblage soumis à une traction uniaxiale $\sigma = 40$ MPa, on constate que l'époxy contenant une seule taille de nanoparticules de silice a un effet sur l'intensité des contraintes.

La figure 21a montre que le contrainte de Von Mises est pratiquement nulle au bord gauche de la colle, elle s'accroît au fur et à mesure qu'on s'approche du front de fissure. Dans cette région du joint adhésif, la contrainte équivalente atteint une valeur maximale. Le taux de restitution d'énergie, est l'énergie nécessaire pour faire progresser une longueur unitaire de la fissure. Elle correspond à la décroissance de l'énergie potentielle totale du milieu fissuré pour passer d'une configuration initiale avec une longueur de fissure a , à une autre où la fissure se trouve augmentée d'une unité de longueur da . En dépassant le front de fissure, les contraintes se baissent et elles sont quasiment nulles au milieu du joint où l'assemblage est complètement soulagé, puis elles remontent à l'extrémité droite l'adhésif sous l'effet de bord.

La variation de la contrainte maximale de von Mises au front de fissure en fonction du taux de nanosilice est représentée sur la figure 21b. On note que les contraintes maximales de von Mises diminuent lorsqu'on augmente la quantité de nanoparticules de silice dans la résine d'adhésif. En ajoutant des nanoparticules de 0% à 30%, on voit que la contrainte de von Mises passe de 85.2 MPa à 82 MPa. Cette diminution de contrainte est due à une déformation locale qui se produit en tête de fissure. Il est bien connu que lors de l'amorçage de fissure, les concentrations des contraintes provoquent la plastification du matériau au voisinage de la pointe de fissure. La taille de la zone plastifiée dépend essentiellement de l'état de contrainte. Durant la propagation, la pointe de fissure s'avance, et la taille de la zone plastifiée augmente.

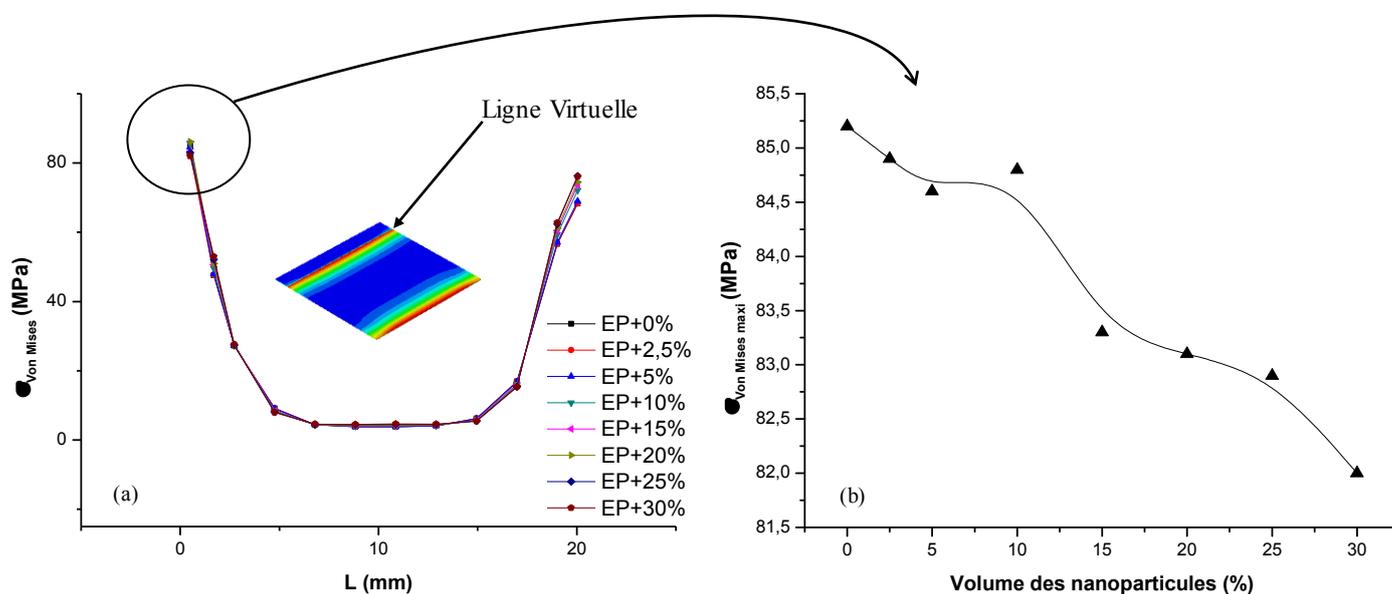


Figure 21 : (a) Distribution des contraintes de Von Mises suivant la longueur de recouvrement du joint d'adhésif

(b) contraintes maximales de Von Mises en fonction du volume des nanoparticules.

Les contraintes de cisaillement σ_{xy} sont aussi réparties au sein du joint de la même façon que la contrainte de Von Mises (Fig.22a). On observe clairement que les contraintes de cisaillement atteignent une valeur maximale au voisinage proche du front de fissure puis elles diminuent graduellement jusqu'à une valeur nulle au milieu du joint. Près de l'extrémité droite de l'assemblage de collage, on constate un accroissement progressif de la contrainte de cisaillement afin d'atteindre un extrémum qui dépasse celle de l'extrémité gauche.

La figure 22b montre la variation de la contrainte maximale de cisaillement en pointe de fissure en fonction du volume de nanoparticules dans l'adhésif. On remarque que l'augmentation du volume des nanoparticules conduit à une diminution de contrainte de cisaillement σ_{xy} dans le joint.

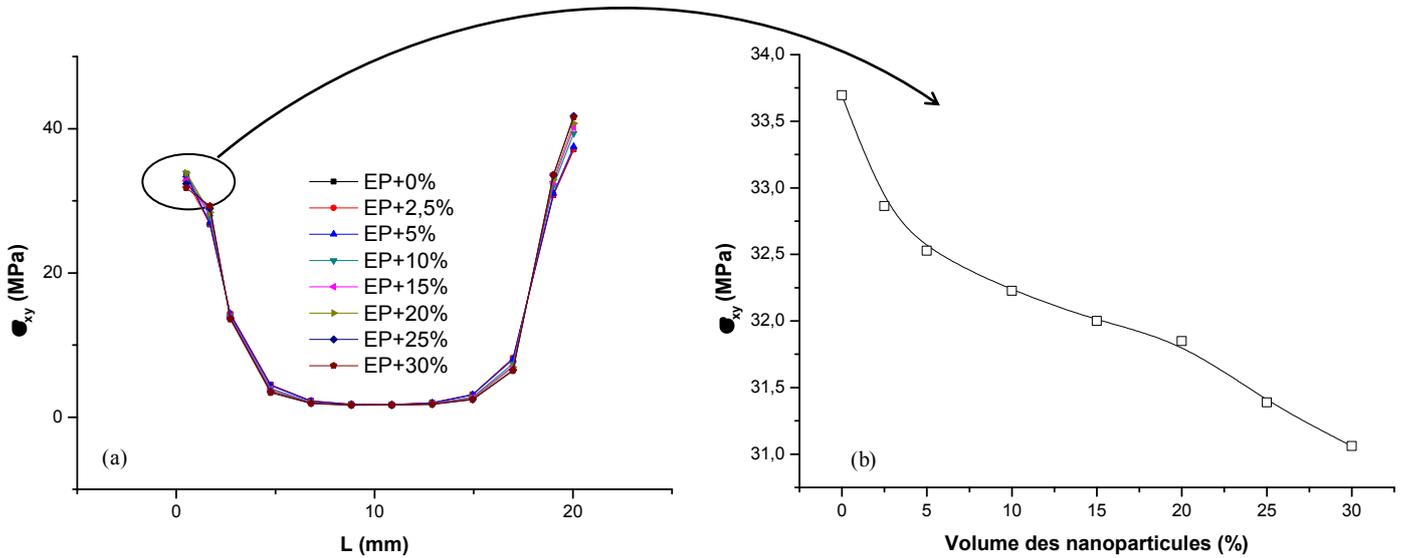


Figure 22 : (a) Distribution des contraintes de cisaillement suivant la longueur de recouvrement,

(b) contraintes maximales de cisaillement en fonction du volume des nanoparticules.

La contrainte de pelage σ_{yy} est relative principalement à la décohésion des liaisons atomiques autour de la pointe de fissure. Selon la longueur de recouvrement, l'adhésive est soumis à des contraintes de tension et de compression qui sont dues à la flexion du joint. Quelque que soit le pourcentage de la nanosilice, les contraintes les plus significatives sont localisées en front de fissure (Fig.23a). Le bord droit du joint indique aussi une contrainte importante dont l'intensité est inférieure à celle de l'extrémité gauche. La figure 23b montre qu'un accroissement de la quantité de nanoparticules de silice dans la résine d'époxy conduit à des contraintes maximales de pelage les plus élevées.

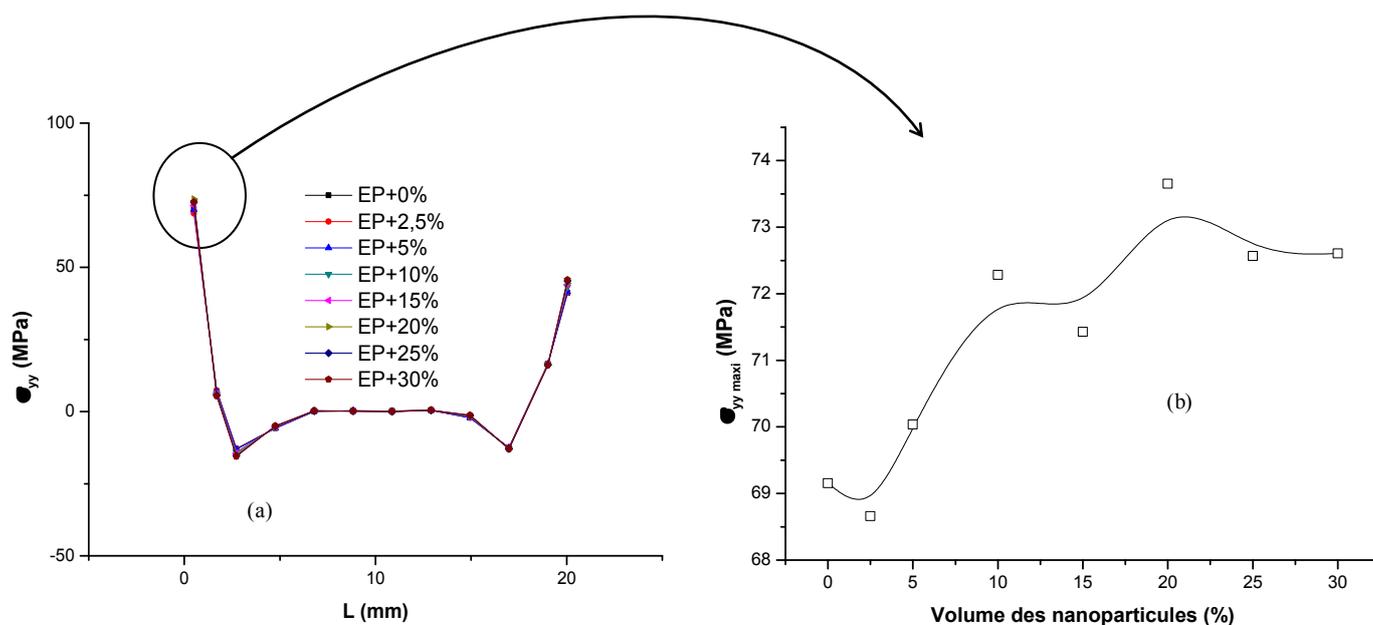


Figure 23 : (a) Distribution des contraintes de pelage suivant la longueur de recouvrement du joint d'adhésif, (b) contraintes maximales de pelage en fonction du volume des nanoparticules.

Des essais de rupture en mode mixte effectués par Pironi et Dalle Donne [3], ont montré que la résistance à rupture est mesurée en utilisant le paramètre CTOD. Ils ont vérifié que la résistance d'un matériau ductile est plus grande dans le cas du mode I pur que dans le cas du mode II pur.

III.2 Effet de la taille de fissure sur la distribution des contraintes suivant la longueur de recouvrement avec un taux de 30% de nanocharges.

III.2.1 Comportement élastique de l'adhésif

Le but de cette étude est de montrer l'effet de l'intensité des contraintes le long de la ligne médiane de l'assemblage de collage sur l'initiation et la propagation de la fissure dans le joint d'adhésif contenant un taux de nanoparticules constant (Fig.24).

La figure 24a illustre la variation de la contrainte de von Mises σ en fonction de la longueur de fissure, celle-ci est située au milieu de l'épaisseur de l'adhésif et initiée au bord gauche de l'assemblage collé. On peut distinguer facilement que les trois valeurs maximales de cette contrainte sont localisées au front de fissure et elles correspondent aux trois longueurs de fissure 0.5mm, 1.5 mm et 2.5 mm, leurs intensités diminuent au milieu de l'assemblage de

collage jusqu'à une valeur de 4 MPa, puis elles s'accroissent au bord droit du joint jusqu'à une valeur de 78 MPa indépendamment de la taille de fissure. La figure 24b montre clairement que la contrainte équivalente maximale est engendrée au niveau du front de fissure dont l'intensité dépend de la taille de fissure. Les contraintes de fortes intensités correspondent aux fissures de taille importante.

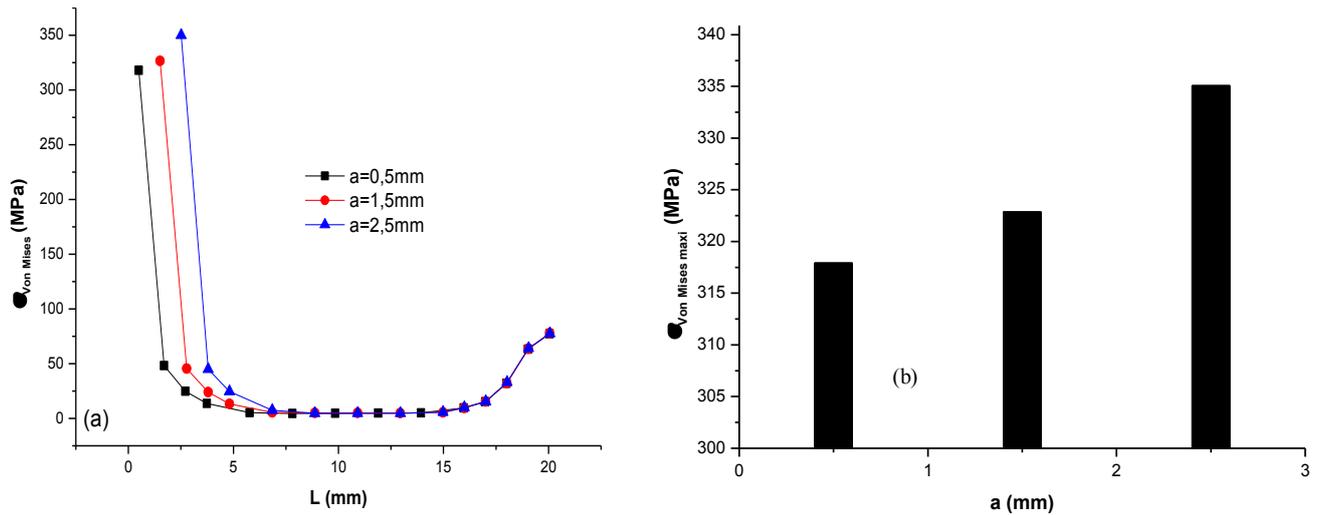


Figure 24: (a) Distribution de la contrainte équivalente σ suivant la longueur de recouvrement pour les trois longueurs de fissure, (b) contrainte équivalente maximale σ_{max} .

La figure 25 illustre la variation de la contrainte de cisaillement en fonction de la taille de fissure suivant la longueur de recouvrement. On remarque que l'allure de la courbe de cette contrainte est semblable à celle de la contrainte équivalente. La contrainte de cisaillement maximale est située en pointe de fissure et elle varie proportionnellement à la longueur de la fissure.

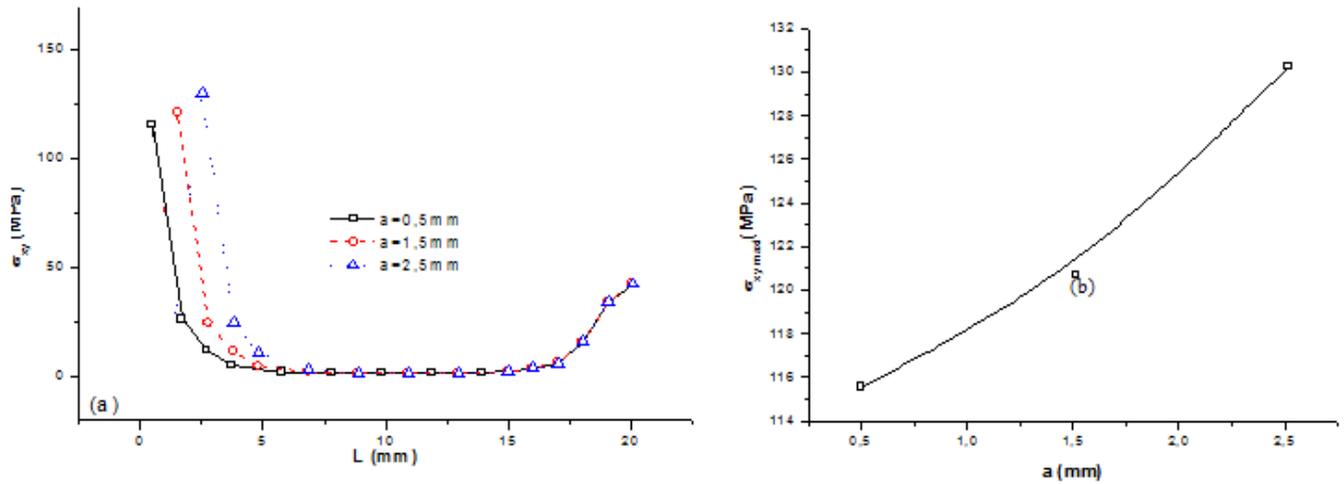


Figure 25 : (a) Distribution de la contrainte de cisaillement σ_{xy} suivant la longueur du joint pour les trois longueurs de fissure, (b) contrainte maximale de cisaillement σ_{xy-max} .

La distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} dans le joint est représentée sur la figure 26 pour les trois longueurs de fissure. La contrainte de pelage est maximale au front de fissure et le graphe a la même allure que celle de la contraintes de von Mises. L'amplitude de la contrainte maximale située en tête de fissure reste pratiquement constante et elle est indépendante de la taille de fissure.

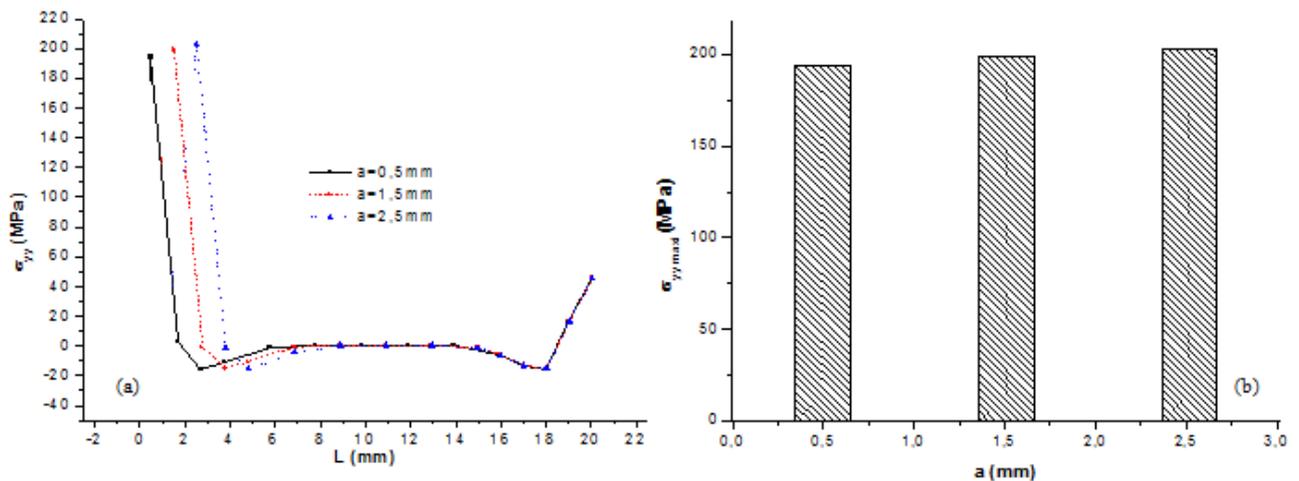


Figure 26 : (a) Distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} suivant la longueur du joint, (b) la contrainte maximale de pelage σ_{yy} .

III.2.2 Comportement élastoplastique de l'adhésif

Le but de cette étude est d'analyser l'effet de la taille de fissure sur la distribution des contraintes le long de ligne médiane du joint adhésif à comportement élastoplastique et renforcé avec 30% de nanosilice (Fig.27). On note que les contraintes équivalentes maximales se trouvent en tête de fissure et leurs intensités sont indépendantes de la taille de la fissure. En effet, on observe que les contraintes équivalentes maximales sont identiques pour les trois longueurs de fissure. Loin de la fissure, les contraintes reprennent la forme qu'elles auraient en absence de fissure correspondant au chargement appliqué.

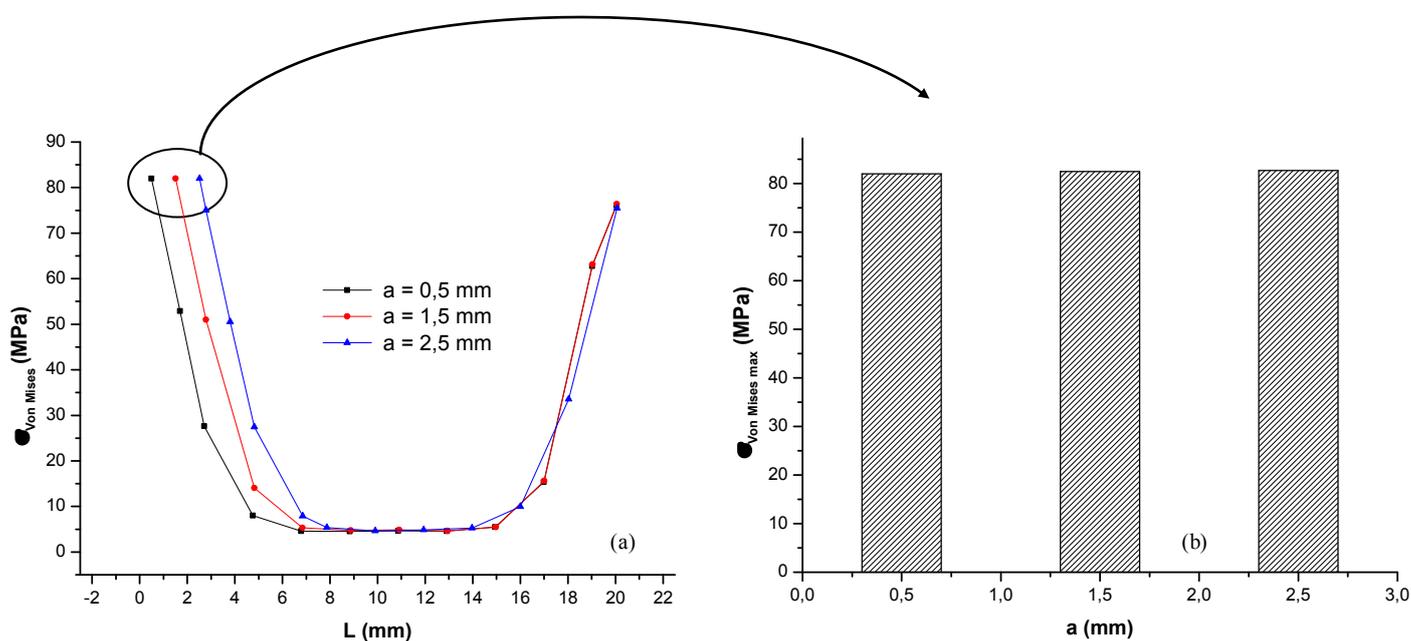


Figure 27 : (a) Distribution de la contrainte de von Mises suivant la longueur de recouvrement pour différentes longueurs de fissure, (b) contrainte maximale de von Mises.

La distribution des contraintes de cisaillement σ_{xy} au sein du joint d'adhésif est présentée dans la figure 28a, les valeurs sont maximales en deux zones : la première zone est le voisinage du front des trois longueurs de fissure ($a = 0.5$ mm, 1.5 mm et 2.5 mm). A ces points les contraintes de cisaillement sont maximales et varient aussi en fonction du volume des nanoparticules de silice dans la résine d'époxy. Le deuxième pic est enregistré au bord droit de l'adhésif avec une valeur de 40 MPa. Le matériau ductile présente donc une forte

capacité de déformation et les contraintes de cisaillements sont responsables de plastification importante avant rupture.

Les valeurs maximales σ_{xy-max} en fonction des longueurs de la fissure sont présentées sur la figure 28b, on note que les contraintes de cisaillement diminuent en fonction de l'avancement des fissures. La propagation de la fissure se fait en mode mixte dans le matériau ductile.

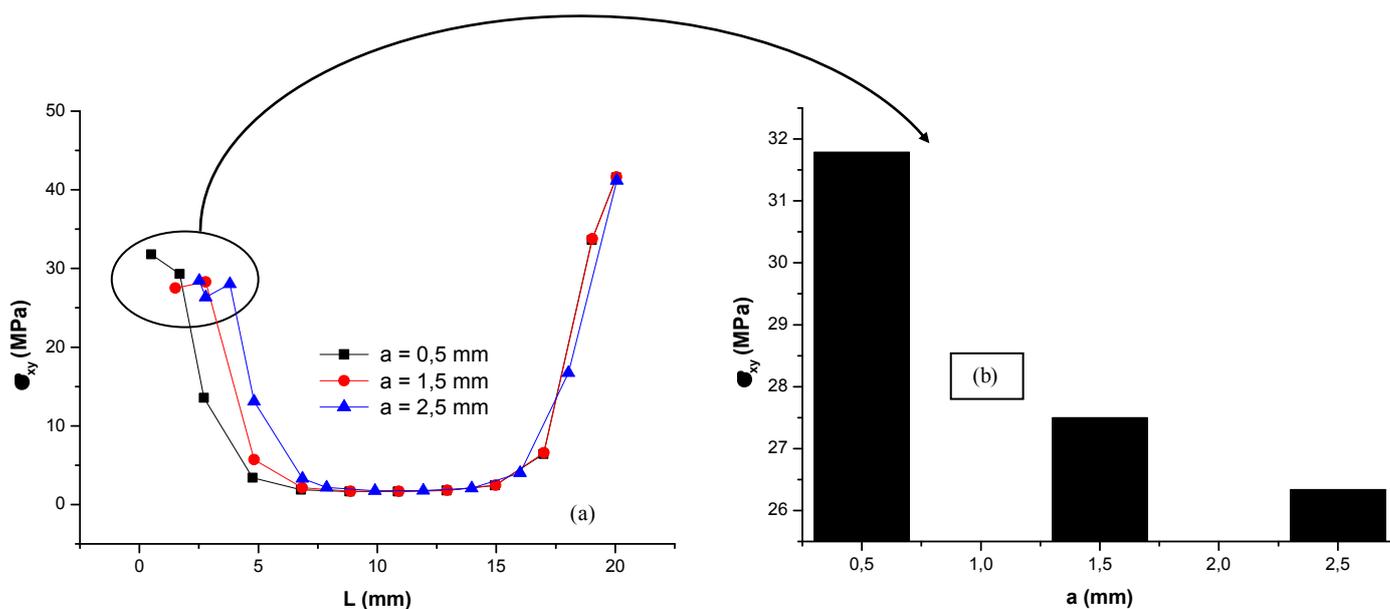


Figure 28 : (a) Distribution des contraintes de cisaillement suivant la longueur de recouvrement du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure, (b) contrainte maximale de cisaillement.

La distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} dans le joint est représentée sur la figure 29a pour les trois longueurs de fissure. L'allure des courbes des contraintes de pelage sont est semblable à celle des les contraintes de von Mises et les contraintes de cisaillement σ_{xy} et elles sont maximales au voisinage du front de fissure. On remarque que les valeurs maximales σ_{yy-max} augmentent proportionnellement en fonction des longueurs de fissures (Fig.29b), où σ_{yy} égale à 72 MPa pour $a = 0.5$ mm et elle est égale à 85 MPa pour une longueur de $a = 2.5$ mm.

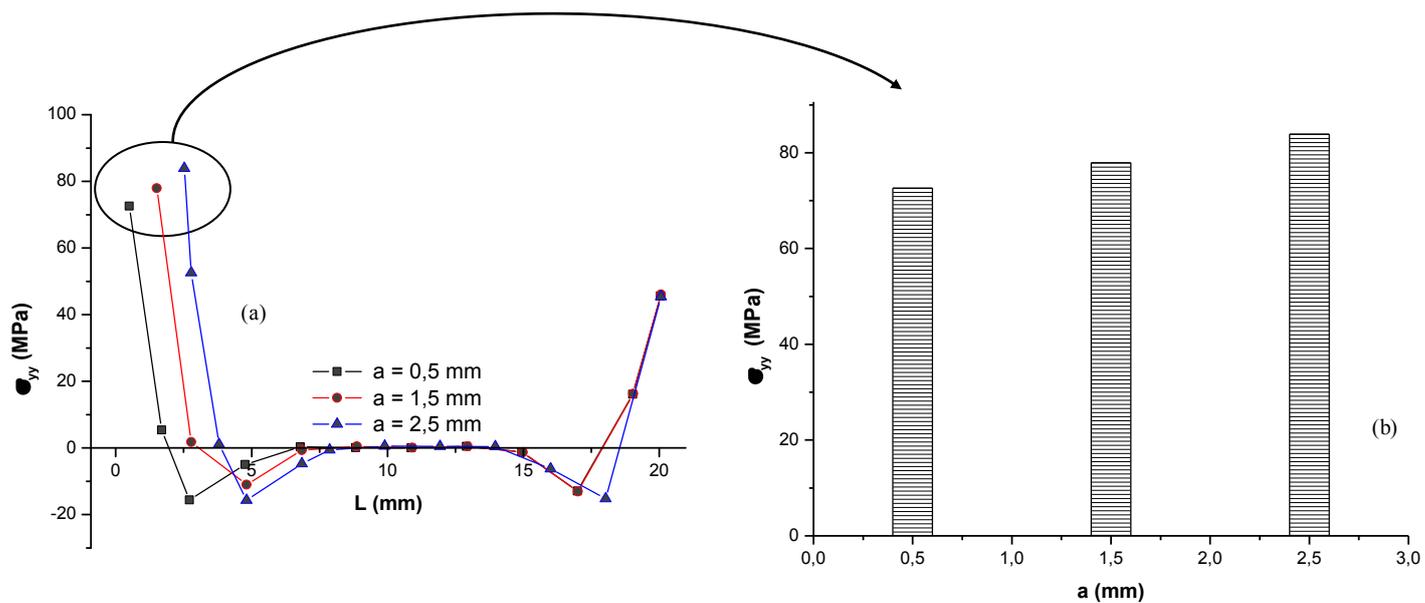


Figure 29 : (a) Distribution des contraintes de pelage suivant la longueur de recouvrement pour différentes longueurs de fissure, (b) contrainte maximale de pelage.

Partie IV

Effet des nanoparticules sur la distribution des contraintes en fonction de l'épaisseur du joint adhésif

IV.1 Effet des nanoparticules sur la distribution des contraintes suivant l'épaisseur du joint d'adhésif

L'épaisseur de la couche d'adhésif représente un paramètre géométrique important. Augmentant encore l'épaisseur de l'adhésif diminue le risque de sa plastification. L'adhésif devient trop rigide et que le transfert de charge adhérent / adhésif / adhérent devient faible et les contraintes sont localisés dans l'adhésif provoquant ainsi sa rupture [4]. Les études numériques de Madani et al [5]. ont montré que l'augmentation de l'épaisseur de l'adhésif entraîne une diminution de la contrainte de cisaillement, à savoir, pour une épaisseur assez importante, l'adhésif devient très résistant et se comporte comme étant un troisième matériau. En outre, la rupture devient de plus en adhésif lorsque l'épaisseur de l'adhésif augmente. L'optimum épaisseur de la couche adhésive est comprise entre 0.1 et 0.2 mm [6].

Etude de la distribution des contraintes de von Mises, de cisaillement et de pelage en fonction du volume des nanoparticules de silice suivant l'épaisseur du joint (ligne virtuelle) passant par le front de fissure, $a = 0.5$ mm (Fig.30)

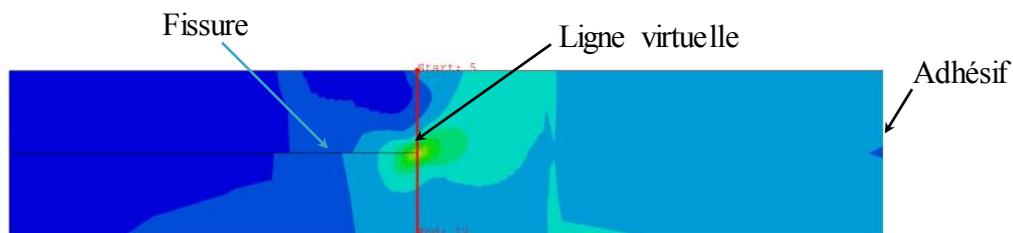


Figure 30 : Ligne virtuelle suivant l'épaisseur de l'adhésif

IV.1.1 Comportement élastique de l'adhésif

La répartition des contraintes de Von Mises σ suivant la nouvelle ligne virtuelle est représentée par la figure 31a. On remarque bien que les contraintes équivalentes sont concentrées au front de fissure et on enregistre des contraintes de faibles intensités aux interfaces plaques/joint adhésif dont la valeur est d'environ 70 MPa. Les pics de contraintes équivalentes au niveau du front de fissure sont représentées sur la figure 31b, on peut dire que ces pics correspondent aux contraintes maximales de von Mises obtenus suivant la longueur de l'adhésif (Fig.24b). On note que la contrainte maximale de von Mises augmente avec l'augmentation de la quantité de nanoSiO₂ dans le joint d'adhésif, ce qui améliore davantage la rigidité de l'adhésif. L'augmentation de la contrainte maximale de von Mises est de 22 %

entre deux joints adhésifs le premier est sans nanoSiO₂ et le second avec 30% de nanoSiO₂ intégrés dans la résine d'époxy.

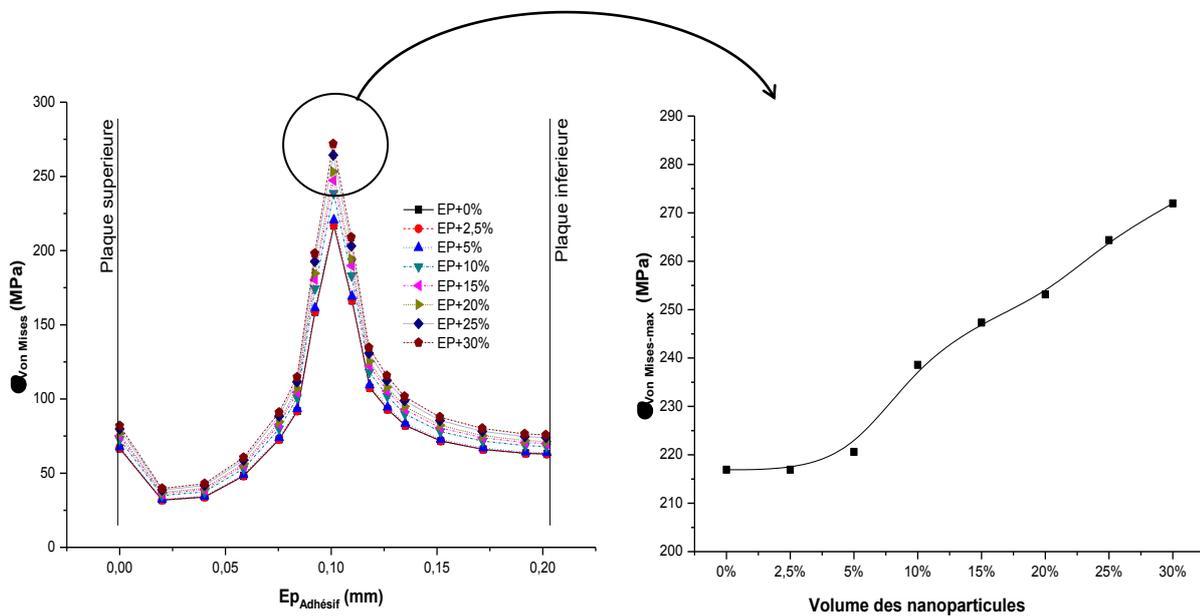


Figure 31 : (a) Distribution de contrainte de von Mises $\sigma_{von mises}$ suivant l'épaisseur du joint, (b) variation de la contrainte maximale de von Mises $\sigma_{von Mises}$.

Les contraintes de cisaillement σ_{xy} sont concentrées au front de fissure et elles sont relativement faibles aux interfaces plaques/adhésif (Fig.32a). On remarque qu'au niveau du front de fissure, la variation des contraintes maximales de cisaillement σ_{xy} est proportionnelle aux taux de nanoparticules de silice (Fig.32b). On note que l'accroissement de la contrainte maximale de cisaillement est de 16 % entre deux joints adhésifs qui correspondent à 0% et à 30% du taux de nanoparticules.

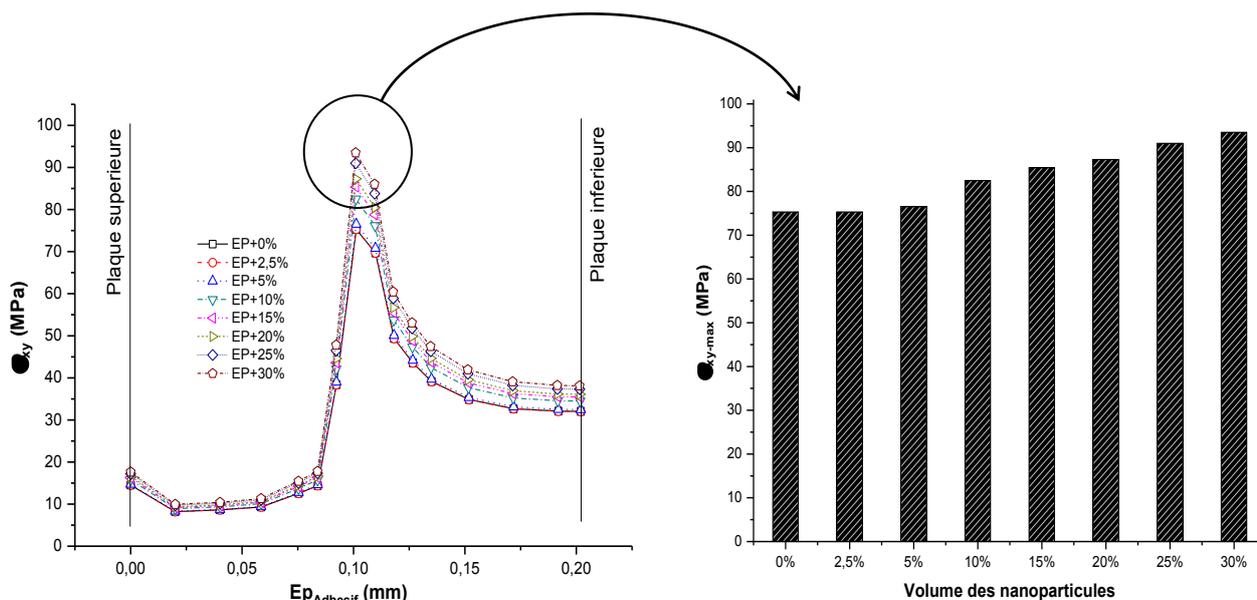


Figure 32 : (a) Distribution de la contrainte de cisaillement σ_{xy} suivant l'épaisseur du joint, (b) contrainte maximale de cisaillement σ_{xy} .

Le joint adhésif subit en situation des sollicitations combinées de traction et de cisaillement. On observe que les contraintes de pelage sont plus intenses que celles du cisaillement. Les contraintes maximales de pelage σ_{yy} sont engendrées au niveau du front de fissure au milieu de l'épaisseur de l'assemblage de collage, une partie de l'adhésif en contact avec la plaque supérieure est soumise à des contraintes de compression (Fig.33a), cependant, l'autre partie de l'adhésif est sollicitée à des contraintes de tension avec la partie inférieure de la plaque.

La figure 33b illustre la variation de la contrainte maximale σ_{yy} en fonction de la quantité de nanosilice. On constate que l'intensité de contraintes maximales de pelage est quasiment constante pour un taux de nanoparticules inférieur ou égal à 5%. Au delà de cette valeur, la contrainte maximale de pelage varie proportionnellement à la quantité de nanoSiO₂ ajoutés à la résine d'époxy. Les contraintes de pelage de forte intensité se situent au niveau du front de fissure et un accroissement de 17.86 % de contraintes maximales est constaté entre 0% et 30% de nanoparticules intégrés dans la résine d'époxy.

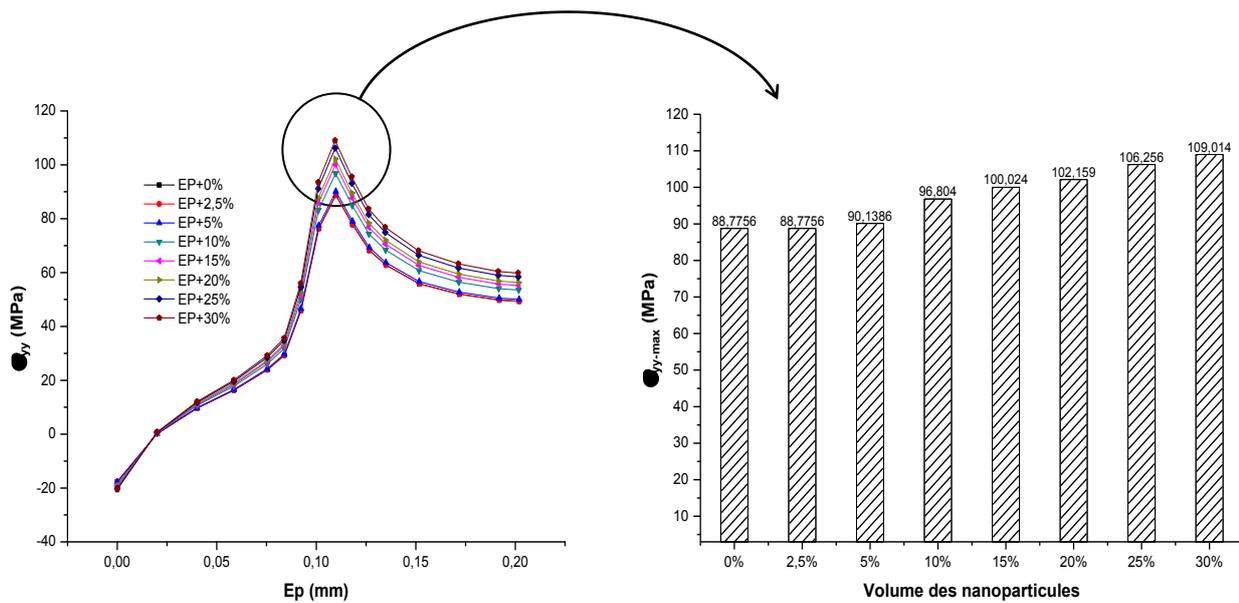


Figure 33 : (a) Distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} suivant l'épaisseur du joint, (b) la contrainte maximale de pelage σ_{yy-max} .

IV.1.2 Comportement élastoplastique de l'adhésif

La répartition des contraintes de Von Mises $\sigma_{Von\ mises}$ suivant la ligne verticale virtuelle est représentée par la figure 34a. On remarque bien que la concentration de contraintes est localisée au front de fissure, cependant, les côtés supérieur et inférieur sont sollicités à des contraintes de faibles intensités.

Les contraintes maximales $\sigma_{Von\ mises-max}$ localisées aux fronts de fissure sont représenté sur la figure 34b. On remarque que la variation de la contrainte maximale de Von Mises est inversement proportionnelle au volume des nanoparticules intégré dans le joint d'adhésif.

La valeur maximale de la contrainte de von Mises dans le joint sans nanoSiO2 (0 %), égale à 82.5 MPa, et avec l'ajout de 30% de nanoSiO2 dans la résine, la contrainte diminue et sera égale à 31 MPa. Ces résultats obtenus numériquement par la méthode des éléments finis montrent clairement que l'addition des nanoparticules dans la couche adhésive conduit à une réduction de la contrainte maximale. Il est donc préférable d'avoir un joint adhésif ductile renforcé par des nanoparticules, comme par exemple, une époxyde dont la ténacité a été augmentée, car il se fissurera avant de rompre, redistribuera les contraintes et limitera la concentration des contraintes au front de fissure.

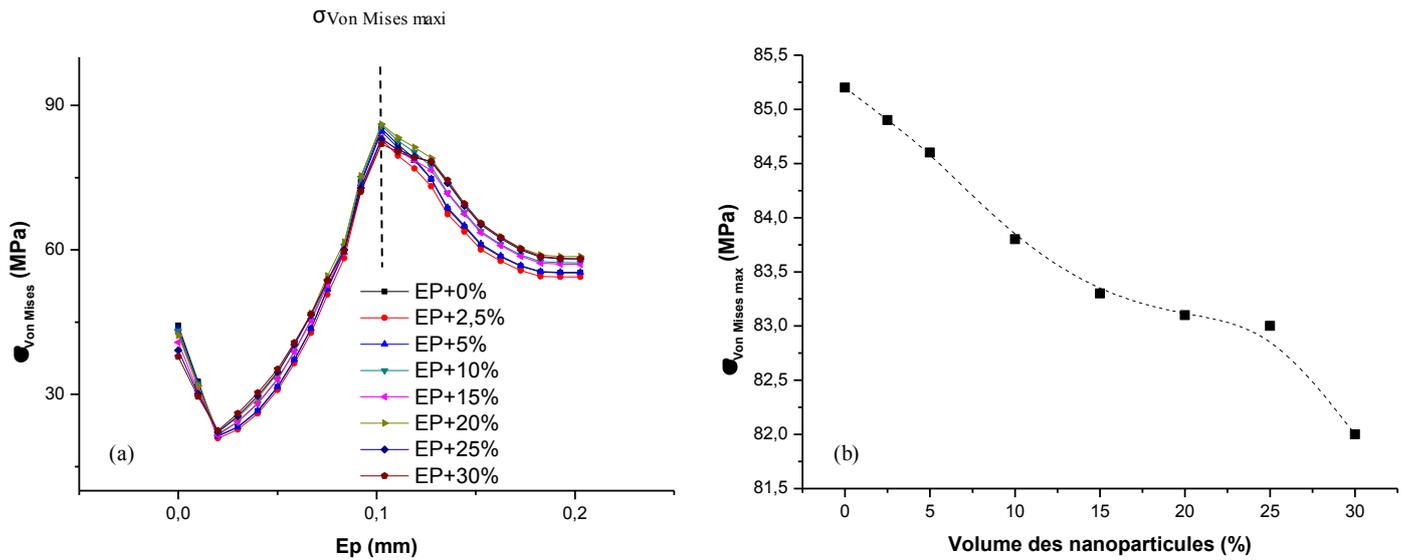


Figure 34 : (a) Distribution de la contrainte de Von Mises suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différents taux de nanoparticules, (b) contrainte maximale de Von Mises (b)

On constate que quel que soit le taux de nanoparticules, les contraintes de cisaillement σ_{xy} sont relativement faibles au voisinage de la plaque supérieure, leurs intensités augmentent progressivement, jusqu'à atteindre un pic au niveau du front de fissure, puis diminuent au fur et à mesure que l'on s'approche de la plaque inférieure (Fig.35a).

Au front de la fissure (Fig.35b), les valeurs maximales des contraintes de cisaillement σ_{xy-max} sont inversement proportionnelles au taux de nanoparticules de silice. Les zones où l'adhésion est renforcée causant un piégeage du front de fissure et une hausse de la résistance du joint collé.

On remarque la variation de la contrainte qui va de 33.5 MPa à 0% et de 31 MPa à 30% du taux de nanoparticules soit une diminution de 7.46 %.

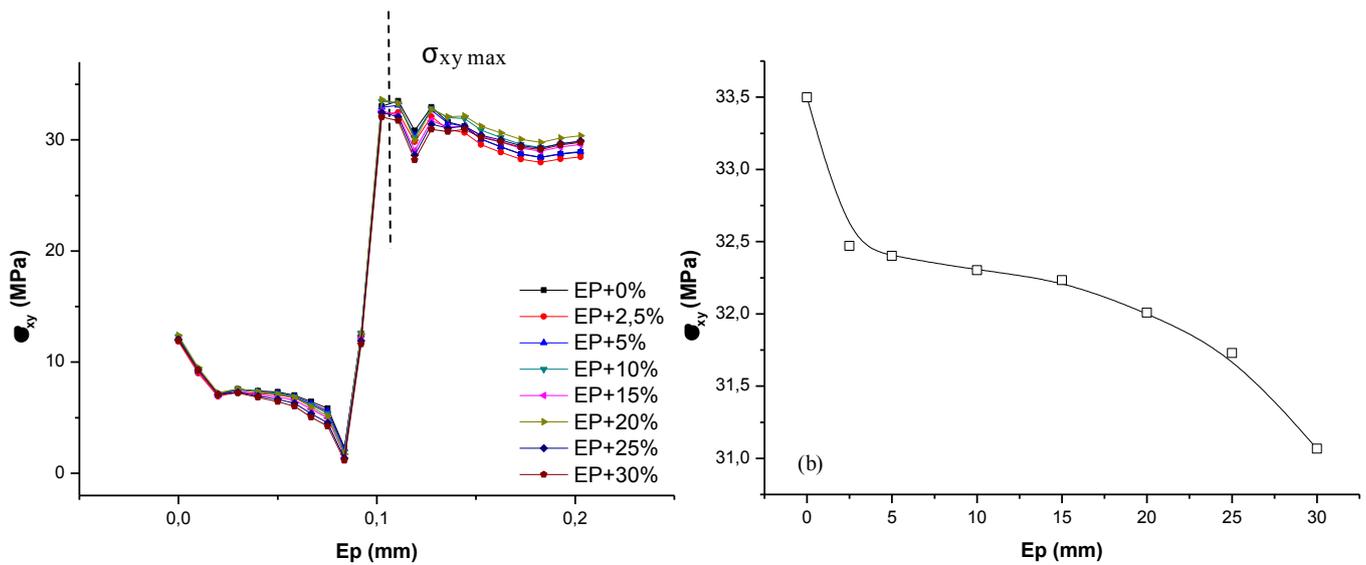


Figure 35 : (a) Distribution des contraintes de cisaillement suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différents taux de nanoparticules,
(b) contrainte maximale de cisaillement.

On constate qu'au voisinage proche de la plaque supérieure, le joint adhésif se trouve en compression et au-delà de cette zone il est soumis à des contraintes de pelage de tension et ceci quel que soit le taux de nanoparticules. La contrainte de pelage σ_{yy} atteint une valeur maximale au front de fissure et qui diminue légèrement puis elle reste presque constante jusqu'à la partie de l'adhésif qui est en contact avec la plaque inférieure (Fig.36a). Dans cette zone le joint adhésif est soumis à des contraintes significatives de pelage ce qui favorise le délaminage adhésif/substrat et contribue à la propagation de la fissure en mode mixte.

La figure 36b illustre la variation de la contrainte maximale de pelage en fonction du taux de nanoparticules et pour une longueur de fissure constante. On constate que la présence des nanoSiO₂ dans la résine époxy avec un taux de 30% réduit le niveau de contrainte de pelage de 8 %.

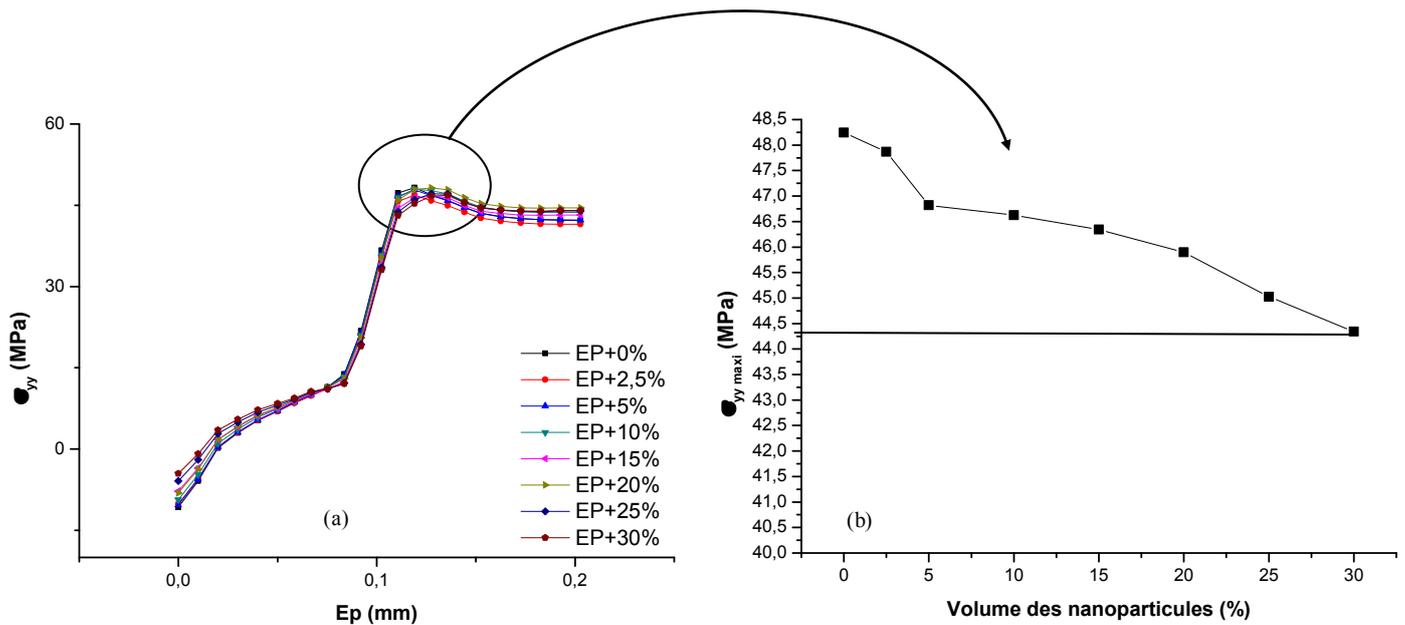


Figure 36 : (a) Distribution des contraintes de pelage suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différents taux de nanoparticules, (b) contrainte maximale de pelage.

IV.2 Effet de la taille des fissures sur la distribution des contraintes suivant l'épaisseur du joint adhésif fissuré avec un taux de 30% de nanocharges.

IV.2.1 Comportement élastique de l'adhésif

Les figures 37 et 38 illustrent respectivement la variation des contraintes de von Mises et de cisaillement avec celles de pelage en fonction de l'épaisseur de l'adhésif en passant par le front de fissure et pour un taux de nanosilice de 30% injecté dans l'adhésif. La fissure latérale se trouve dans l'adhésif à l'une des deux extrémités de la surface de recouvrement où le champ de contrainte est important. Dans cette partie, on analyse l'effet de la taille d'une fissure sur la distribution et l'intensité de la contrainte de von Mises, de cisaillement et de pelage.

On constate que la contrainte de von Mises σ_e la plus significative se trouve au niveau du front de fissure pour les trois longueurs. On note que le niveau de la contrainte équivalente croît avec l'accroissement de la taille de la fissure (Fig. 37a).

La figure 37b représente la variation de la contrainte équivalente maximale en fonction de la longueur de fissures. Ces résultats montrent que l'intensité de la contrainte équivalente

maximale dépend de la taille de fissure, effectivement, on remarque que ces valeurs maximales augmentent avec la longueur de fissure.

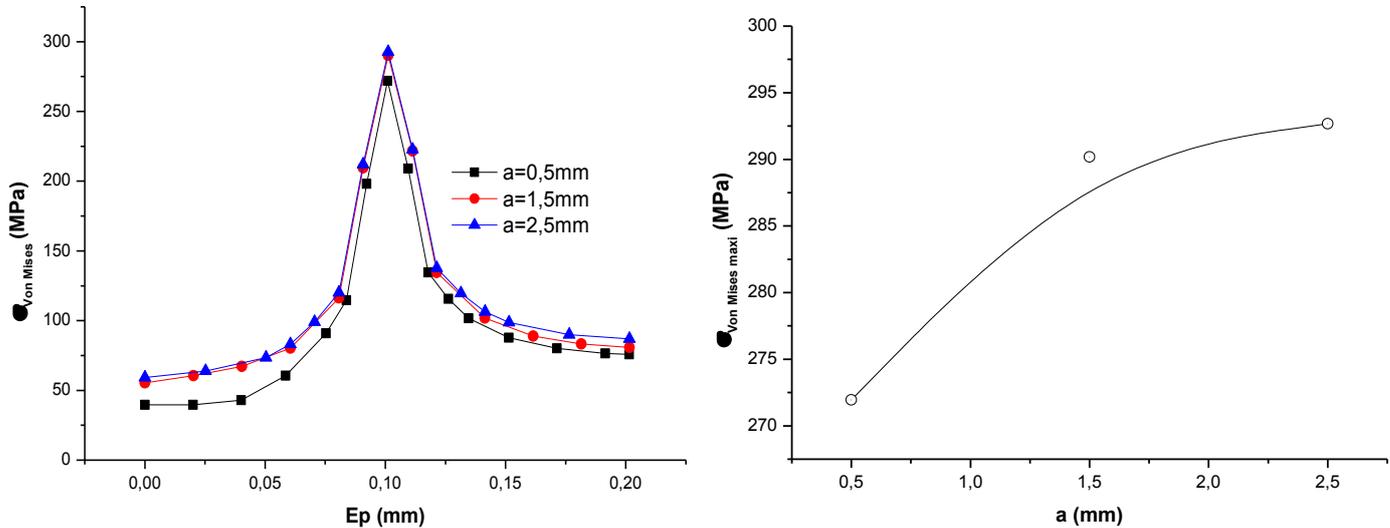


Figure 37: (a) Distribution de la contrainte de von Mises σ_e suivant l'épaisseur du joint pour les trois longueurs de la fissure, (b) contrainte maximale de von Mises σ_{emax} .

La figure 38 représente la variation des contraintes de cisaillement σ_{xy} et de pelage σ_{yy} en fonction de l'épaisseur de la colle et pour différentes longueurs de fissure. On remarque que les contraintes les plus significatives sont concentrées au front de fissure, une grande proportion des contraintes est transférée vers la tête de fissure qui se trouve au milieu de l'épaisseur. On constate que les contraintes maximales de cisaillement et de pelage sont induites à l'extrémité droite de la zone de collage, qui est en contact directe avec la plaque inférieure, une charge suffisante est transférée à travers l'adhésif vers la plaque inférieure. Cependant, la partie gauche de l'adhésif qui se trouve en contact avec la plaque supérieure est faiblement sollicitée aux contraintes de cisaillement et de pelage, ceci est du probablement à l'existence et à la propagation d'une fissure latérale, initiée à l'extrémité libre de la plaque supérieure.

Dans le cas de deux substrats différents liés par l'adhésif, plus la différence est grande entre leurs modules de Young plus les contraintes maximales de cisaillement et de pelage seront induites à l'une des deux extrémités de la zone de collage [7].

Le pic de contraintes est engendré au milieu de l'épaisseur et plus précisément en fond de fissure. La contrainte maximale de cisaillement varie proportionnellement à la longueur de fissure, cependant la contrainte maximale d'arrachement est inversement proportionnelle à la taille de fissure.

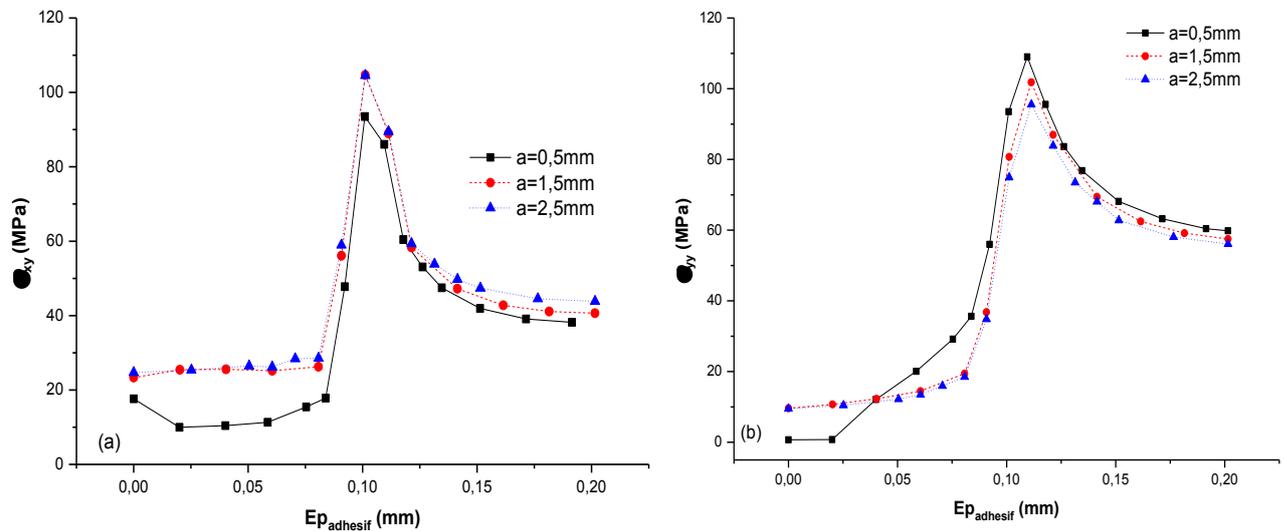


Figure 38: (a) Distribution de σ_{xy} suivant l'épaisseur du joint pour les trois longueurs de fissure,
(b) distribution de la contrainte de pelage σ_{yy} suivant l'épaisseur du joint pour les trois longueurs de fissure.

IV.2.2 Comportement élastoplastique de l'adhésif

L'assemblage par collage forme un joint qui assure généralement une bonne continuité des efforts et une meilleure répartition des contraintes. La charge est essentiellement transférée dans deux zones : celles proches des deux extrémités du joint de colle. La prise en compte de la plasticité permet de faire coïncider l'expérience et la théorie. Dans cette partie, on montre l'effet de la taille de la fissure sur la distributions des contraintes de Von Mises, de cisaillement et de pelage suivant l'épaisseur de l'adhésif.

La contrainte de Von Mises σ_e atteint un pic au front de fissure pour les trois longueurs de fissure. Cette valeur maximale de la contrainte est indépendante de la taille de la fissure.

La zone droite de l'adhésive engendre des contraintes plus significatives que celles de la zone gauche du joint adhésif. Le niveau de contraintes dans ces deux zones dépend de la longueur de fissure. En effet, l'accroissement de la taille de fissure conduit à une augmentation de la contrainte de Von Mises.

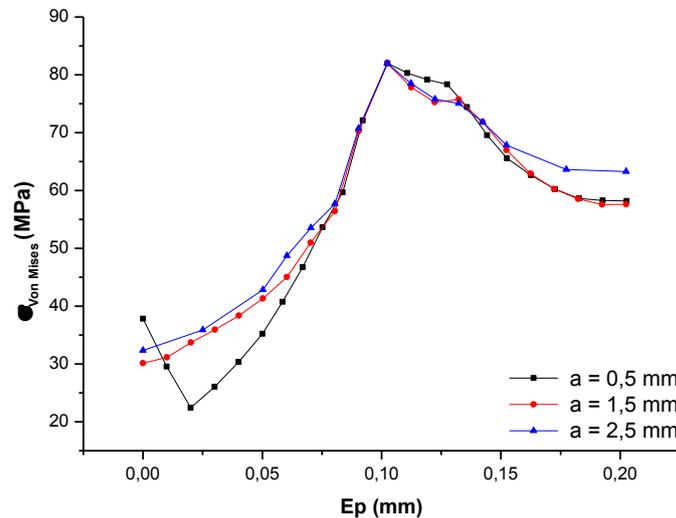


Figure 39 : Distribution de la contrainte de Von Mises suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure.

Les figures 40 et 41 représentent respectivement la distribution des contraintes de cisaillement σ_{xy} et de pelage σ_{yy} suivant l'épaisseur du joint et passant par le front de fissure.

On remarque que la zone de collage gauche en contact avec la plaque supérieure est soumise à des contraintes de cisaillement et de pelage de faibles intensités. Cependant, la zone de collage droite liée à la plaque inférieure engendre des contraintes de cisaillement et de pelage de fortes intensités, dont le niveau est presque égale à celui de la tête de fissure.

Le pic est enregistré au milieu de l'épaisseur en fond de fissure pour les deux contraintes maximales de cisaillement et de pelage, une contrainte de cisaillement égale à 32,5 MPa au voisinage du front de la fissure et une contrainte de pelage égale presque 50 MPa au même endroit.

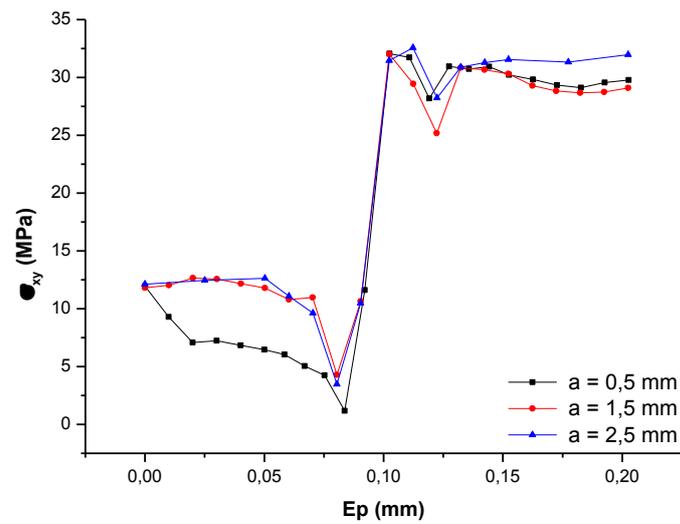


Figure 40 : Distribution de la contrainte de cisaillement suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure.

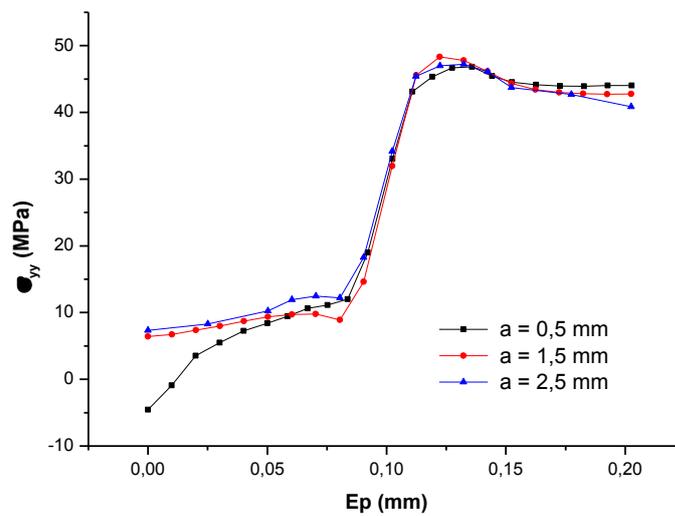


Figure 41 : Distribution de la contrainte de pelage suivant l'épaisseur du joint d'adhésif pour différentes longueurs de fissure.

Référence Bibliographique :

- [1] da Silva LFM, Campilho RDSG. *Advances in Numerical Modelling of Adhesive Joints*. New York : Springer ; 2012.
- [2] Dominique F. *Endommagements et Rupture de Matériaux*. EDP Sciences 2004.
- [3] Pirondi A., Dalle Donne C. Characterisation of ductile mixed-mode fracture with the crack-tip displacement vector *Engineering Fracture Mechanics*, 2001, 68, 12, pp 1385-1402
- [4] K. Madani , S. Touzain , X. Feaugas , M. Benguediab , M. Ratwani : Stress distribution in a 2024- T3 aluminum plate with a circular notch, repaired by a graphite/epoxy composite patch. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 29: 225– 233, 2009.
- [5] Benchiha, A. and Madani, K: “Influence of the presence of defects on the stresses shear distribution in the adhesive layer for the single-lap bonded joint”, *Struct. Eng. Mech.*, 53(5), 1017-1030, 2015.
- [6] Madani, K., Mokhtari, M., Belhouari, M. and El hannani, M. “Effect of modifying the edges of the adherents and the adhesive on the stress distribution over the width and length of recovery, case of a single lap joint”, *Int. J. Min. Metal. Mech. Eng.*, 4(1), 262-267, 2013..
- [7] Interfacial Stress Analysis of Adhesively Bonded Lap Joint Shiuh-Chuan Her * and Cheng-Feng Chan Department of Mechanical Engineering, Yuan Ze University, Taoyuan City 320, Taiwa Published: 28 July 2019. *Materials* 2019, 12, 2403; doi:10.3390/ma12152403. www.mdpi.com/journal/materials

Conclusion générale

Conclusion générale

La liaison adhésive est largement utilisée pour l'assemblage de tôles dans les industries automobile, marine, aéronautique et spatiale. En particulier, les joints à simple recouvrement sont considérés comme un joint de bonne catégorie pour les tôles. Plusieurs chercheurs dans de nombreux laboratoires de recherche s'investissent dans le domaine des assemblages par collage et dans la détermination des structures et des adhésifs les plus fiables surtout dans l'aéronautique et l'aérospatiale. L'étude du collage est un enjeu d'avenir puisque cette technique prend de plus en plus d'importance au sein des systèmes industriels et dans les objets du quotidien. Son utilisation accrue entraîne le développement de nouveaux types de colle, ce qui nécessite de plus en plus de recherches numériques et appliquées. La sélection était basée sur les performances mécaniques des joints à simple recouvrement soumis à des charges statiques et cette étude vise à comprendre le comportement mécanique des joints adhésifs renforcés par des nanoparticules et assurant l'assemblage de deux plaques.

Afin de mener à bien l'étude, deux substrats identiques et l'adhésif ont été choisis. Pour le substrat, le choix s'est porté sur l'alliage d'aluminium 2024 T3. L'adhésif époxy a été choisi de type DER 331 et il est rempli de nanosilice et ces derniers sont supposés être de taille égale et solidement collé au matériau de la matrice.

L'objectif de cette thèse est de parvenir à une compréhension approfondie de l'effet de la taille et de la teneur de la nanoparticule sur le comportement mécanique du nanosilice époxy. L'intensité et la distribution des contraintes du joint adhésif nanostructuré, ont été évaluées numériquement par la méthode des éléments en utilisant le code de calcul Abaqus.

Les principaux objectifs de recherche de cette thèse étaient de :

- Premièrement, on suppose que le comportement du composite époxy-silice est élastique linéaire :

- Les résultats obtenus numériquement par la méthode des éléments finis montrent que les contraintes de von Mises, de cisaillement et de pelage sont réparties de façon symétrique. Elles sont aussi plus intenses aux extrémités de l'assemblage avec une région centrale peu affectée. Notre modèle numérique est validé avec les modèles analytiques proposées par d'autres chercheurs, on s'intéresse dans cette première partie de notre étude à une simple analyse élastique linéaire de la résine époxy.

- On ne constate que l'accroissement de la teneur de nanoparticules et leurs tailles (23 nm, 74 nm et 174 nm) conduit à une augmentation des contraintes de Von Mises, de cisaillement et de pelage au sein de l'adhésif. Dans ce cas, l'augmentation de la taille des nanoparticules de ainsi que l'ajout progressif de nanosilice (2,5 %, 15 % et 30 %) au sein de la matrice n'a aucun effet bénéfique sur l'amélioration des propriétés mécaniques du joint adhésif.

- Grâce aux bonnes propriétés d'adhésion des résines époxydes, elles sont couramment employées comme adhésif. Quand l'adhésif constitue la zone de faiblesse, mais que l'interface avec le substrat reste forte, la rupture est cohésive dans l'adhésif.

Une fissure débouchant initiée à l'extrémité libre de la plaque supérieure et elle se propage dans le joint adhésif. Les contraintes sont déterminées suivant la longueur de recouvrement du joint adhésif fissuré et son épaisseur en passant par le front de fissure. On a remarque que quel que soit le taux de nanosilice, les contraintes de Von Mises, de cisaillement et de pelage atteignent des valeurs maximales au front de fissure. L'intensité des contraintes maximales varie proportionnellement à la quantité de nanoparticules ajoutée à l'époxy.

On note également que l'augmentation du volume des nanoparticules de silice en allant de 0% à 30% conduit à l'accroissement du facteur d'intensité de contrainte K_I et K_{II} . Ceci montre clairement que l'ajout de nanoparticules dans la matrice époxyde n'a aucun effet positif sur l'amélioration des propriétés mécanique du composite époxy-nanosilice à comportement élastique linéaire, en particulier sa résistance à la rupture.

- Deuxièmement, on suppose que le comportement de l'adhésif nanostructuré est élastoplastique.

Les résultats obtenus montrent que :

- L'intégral J en front de fissure décroît en augmentant la quantité de nanoparticule dans la matrice époxyde. Par conséquent, l'ajout de nanosilice a eu un impact significatif sur l'accroissement du module de Young et la ténacité à la rupture. En effet, l'augmentation de la ténacité d'un matériau ductile signifie une amélioration de la résistance à la propagation d'une fissure au sein d'un matériau.
- Cette diminution du paramètre J_{max} est plus marquée pour les petites fissures. Ces résultats montrent que le volume des nanoparticules a une influence sur le comportement en rupture d'un joint adhésif fissuré. L'utilisation des solutions de

nanoparticules pour ralentir la propagation de fissures dans la résine d'époxy, voire même pour les arrêter.

- On note que les contraintes maximales de Von Mises et de cisaillement diminuent lorsqu'on augmente la quantité de nanoparticules de silice dans la résine d'adhésif.

- Les contraintes sont évaluées numériquement suivant la longueur du composite époxy-nanosilice fissuré et son épaisseur en traversant le front de fissure. La matrice époxy est associée à un taux élevé de 30 % de renforts en nanosilice. On note que suivant la longueur de recouvrement, le pic de contraintes se trouve en front de fissure et loin de celle-ci c'est-à-dire à l'autre extrémité du joint à simple recouvrement les contraintes reprennent la forme qu'elles auraient en absence de fissure correspondant au chargement appliqué. Egalement, on observe que suivant l'épaisseur du joint adhésif les contraintes sont maximales en tête de fissure. Cette valeur maximale de la contrainte est indépendante de la taille de la fissure. La zone droite de l'adhésive engendre des contraintes plus significatives que celles de la zone gauche du joint adhésif. Le niveau de contraintes dans ces deux zones dépend de la longueur de fissure. En effet, l'accroissement de la taille de fissure conduit à une augmentation légère de la contrainte.

- Perspectives
 - La modélisation d'un joint époxyde nanostructuré présentant une ténacité accrue à ces extrémités et qui diminue graduellement vers le centre du composite époxy-nanosilice, étant donné que le cœur de l'adhésif reste inactif dans la plupart des cas.
 - Afin de minimiser au maximum la charge essentiellement transférée dans les deux zones : celles proches des deux extrémités du joint de colle, il est nécessaire de prendre en compte le comportement viscoélasto-plastique du composite époxy-nanosilice qui intervient dans l'énergie de dissipation, puisque la fissuration se fait par plastification de l'adhésif en front de fissure.