

---

# Liste des Figures

## Chapitre I

Figure I-A-1: Exemple de liaison chimique directe entre adhérent et adhérent	20
Figure I-A-2: Utilisation d'un agent de couplage pour former une liaison chimique	20
Figure I-A-3: Influence de la rugosité des substrats sur l'ancrage mécanique, d'après [10]	20
Figure I-A-4: Etalement d'une goutte sur un substrat solide	22
Figure I-A-5: Couches de faible cohésion du modèle de Bikerman, d'après [17] (données numériques d'après [18])	24
Figure I-A-6: Décomposition du processus de collage suivant les principaux mécanismes d'adhésion mis en jeu, d'après [21]	25
Figure I-B-1: Synthèse de DGEBA et exemple de réaction de polymérisation pour les colles époxydes (DGEBA+diamine)	28
Figure I-B-2: Réaction de synthèse des polyuréthanes	29
Figure I-B-3: Réaction de synthèse des cyanoacrylates et des méthacrylates	30
Figure I-B-4: Synthèse d'un polyimide classique, le polyimide A	30
Figure I-B-5: Carte des propriétés croisées de certains polymères ou adhésifs usuels, d'après [28]	32
Figure I-B-6: Variation de différentes propriétés physiques en fonction du type d'adhésif, d'après [28]	33
Figure I-B-7: Ordre de grandeur de la viscosité des systèmes époxydes en fonction de l'application en Génie Civil	33
Figure I-B-8: Variation du module d'Young avec la température	39
Figure I-B-9: Variation du facteur d'amortissement avec la température	39
Figure I-B-10: Variation du volume spécifique avec la température	39
Figure I-B-11: Effet de la vitesse de refroidissement sur la température de transition vitreuse	40
Figure I-B-12: Effet de fréquence de sollicitation sur la température de transition vitreuse	40
Figure I-B-13: Variation du volume libre avec la température	40
Figure I-B-14: Réponse viscoélastique typique des polymères réticulés	42
Figure I-B-15: Principaux modèles viscoélastiques	42
Figure I-B-16: Evolution du volume spécifique lors du refroidissement d'un polymère à partir de l'état caoutchoutique	44
Figure I-B-17: Evolution du volume spécifique lors d'une montée en température du polymère à partir de l'état vitreux	45
Figure I-B-18: Superposition des courbes de complaisance en fluage obtenues à différents temps de vieillissement pour établir une courbe maîtresse	46
Figure I-B-19: Allure des variations de l'entropie conformationnelle $S_c$ avec la température	48

Figure I-B-20: Décroissance en amplitude et décalage le long de l'axe des temps avec des temps de vieillissement croissants obtenus par le modèle de Kovacs, Aklonis, Hutchinson et Ramos [40]	50
Figure I-B-21: Schéma récapitulatif des différents modes de pénétration de l'eau dans un assemblage collé	53
Figure I-B-22: Schéma montrant la formation de cloques au niveau de l'interface	54
Figure I-B-23: Comportement typique des matériaux polymère en fatigue	62
Figure I-C-1: Notations pour l'analyse thermodynamique de la fissuration	67
Figure I-C-2: Allure de la zone cohésive en tête de fissure	73
Figure I-C-3: modèle de Dugdale	74
Figure I-C-4: Modèle de Palmer et Rice	74
Figure I-C-5: Modèle de Needleman avec expression polynomiale	75
Figure I-C-6: Modèle de Needleman avec expression exponentielle	75
Figure I-C-7: Modèle de Tvergaard	76
Figure I-C-8: Variantes du modèle de Michel et al.	76
Figure I-C-9: Modèle de Allix et al.	77
Figure I-C-10: Modèle de Frémond et al.	77
Figure I-C-11: Modèle de Chaboche et al.	78
Figure I-D-1: Différents paramètres et variables du modèle de Frémond	80

## Chapitre II

Figure II-A-1 : Schéma de principe de la spectroscopie infrarouge	102
Figure II-A-2 : Allure des thermogrammes obtenus en DSC pour un adhésif époxyde (après réticulation à température ambiante)	103
Figure II-A-3 : Allure des spectres obtenus par sollicitation mécanique dynamique ( $f=5\text{Hz}$ )	105
Figure II-A-4 : Allure des courbes de traction sur éprouvette de résines époxydes	106
Figure II-A-5: Thermogrammes DSC du système modèle EPIKOTE/DETA, après des durées de polymérisation variables à température ambiante (vitesse de chauffe de $10^\circ\text{C}/\text{mn}$ )	109
Figure II-A-6: Thermogrammes DSC du système commercial EPONAL 380, à différents stades de la polymérisation à température ambiante (la vitesse de chauffe de la DSC est de $10^\circ\text{C}/\text{mn}$ )	110
Figure II-A-7: Evolutions du degré d'avancement de la réaction (a) et de la température de transition vitreuse $T_g$ (b) en fonction de la durée de polymérisation à $20^\circ\text{C}$ pour le système modèle EPIKOTE/DETA.	111
Figure II-A-8: Evolutions du degré d'avancement de la réaction (a) et de la température de transition vitreuse $T_g$ (b) en fonction de la durée de polymérisation à $20^\circ\text{C}$ pour le système commercial EPONAL 380.	111
Figure II-A-9: Evolutions du module de conservation $E'$ et du facteur d'amortissement $\tan \delta$ en fonction de la température (spectres isochrones à $5\text{Hz}$ ) pour le système modèle EPIKOTE/DETA (a) et pour le système commercial EPONAL 380 (b).	112
Figure II-A-10: Evolutions du module $E'$ (a) et de $\tan \delta$ (b) en fonction de la fréquence de sollicitation et à différentes températures pour le système modèle EPIKOTE/DETA.	114
Figure II-A-11: Evolutions du module $E'$ (a) et de $\tan \delta$ (b) en fonction de la fréquence de sollicitation et à différentes températures pour le système commercial EPONAL 380.	115

Figure II-A-12: Courbes maîtresses en $E'$ et $E''$ (a), et en $\tan \delta$ (b) pour le système EPIKOTE/DETA (température de référence $T_0 = 147,1^\circ\text{C}$ )	116
Figure II-A-13: Courbes maîtresses en $E'$ et $E''$ (a), et en $\tan \delta$ (b) pour le système EPONAL 380 (température de référence $T_0 = 80^\circ\text{C}$ )	116
Figure II-A-14: Evolutions expérimentale et simulée par l'équation WLF des coefficients de translation $\log\left(a_T/T_0\right)$ en fonction de la température relative pour le système EPIKOTE/DETA	117
Figure II-A-15: Evolutions expérimentale et simulée par l'équation WLF des coefficients de translation $\log\left(a_T/T_0\right)$ en fonction de la température relative pour le système EPONAL 380	117
Figure II-B-1 : Evolution de l'excès d'enthalpie par rapport à l'état d'équilibre en fonction du temps, pour les systèmes EPIKOTE/DETA (a) et EPONAL 380 (b)	120
Figure II-B-2 : Allures des spectres du module de conservation $E'$ (a) et du facteur d'amortissement $\tan \delta$ (b) pour le système EPIKOTE/DETA, après différentes périodes de "vieillessement en conditions standards" (fréquence de 5 Hz)	121
Figure II-B-3 : Allures des spectres du module de conservation $E'$ (a) et du facteur d'amortissement $\tan \delta$ (b) pour l'EPONAL 380, après différentes périodes de "vieillessement en conditions standards" (fréquence de 5 Hz)	122
Figure II-B-4 : Evolution du module de conservation $E'$ à $30^\circ\text{C}$ en dessous de la relaxation mécanique en fonction du temps pour les systèmes EPIKOTE/DETA et EPONAL 380	123
Figure II-B-5 : Evolution de la masse relative des échantillons d'adhésifs immergés dans l'eau distillée et dans la solution béton – (1), en fonction du temps et (2), en fonction de la racine carrée du temps	125
Figure II-B-6 : Simulation de la cinétique d'absorption d'eau par le modèle couplant loi de Fick et absorption complémentaire par relaxation des chaînes. Courbes théoriques et valeurs expérimentales obtenues pour nos différents adhésifs (a) à (e)	128
Figure II-B-7 : Simulation des cinétiques d'absorption liées aux phénomènes de diffusion et de relaxation des chaînes macromoléculaires. Données théoriques brutes ou normalisées pour les différents adhésifs immergés dans l'eau distillée (a) ou dans la solution alcaline (b)	129
Figure II-B-8 : Cinétique d'absorption des adhésifs par mécanisme de diffusion (a) et par relaxation des chaînes (b) dans les deux types de milieux aqueux (eau distillée et solution alcaline)	130
Figure II-B-9: Bilan massique de la réaction d'hydrolyse des fonctions époxy	131
Figure II-B-10: Ecart entre la prédiction de l'absorption d'eau par la diffusion Fickienne et la prise de masse expérimentale (a) dans le cas de l'eau distillée et (b) dans le cas de la solution alcaline	133
Figure II-B-11 : Evolutions expérimentales et simulées de la masse relative des adhésifs en fonction du temps lors du processus de désorption à $20^\circ\text{C}$ (échantillons saturés en eau distillée ou en solution alcaline à $t=0$ ). $m_0$ se rapporte à la masse de l'échantillon non vieilli.	135
Figure II-B-12 : Evolutions théoriques des pertes de masse normalisées en fonction du temps lors de la désorption dans l'air ambiant, pour les adhésifs initialement saturés en eau distillée (—) ou en solution alcaline (----). On distingue les pertes en masse liées au processus de diffusion Fickienne (a) et au processus de réorganisation des chaînes (b).	137
Figure II-B-13: Cinétiques expérimentales d'absorption et de réabsorption pour l'adhésif EPONAL 380 immergé dans l'eau distillée et dans la solution alcaline.	138
Figure II-B-14 : Simulations des cinétiques de diffusion (a) et d'absorption par relaxation de chaînes (b) au cours des premières et seconde absorptions. Données pour l'EPONAL 380 immergé dans l'eau distillée et dans la solution alcaline.	138

Figure II-B-15 : Courbes force-allongement pour les éprouvettes d'EPONAL 380 soumises à différentes périodes de vieillissement en milieu aqueux (courbes moyennes)	140
Figure II-B-16: Evolution du module d'Young et de la contrainte à la rupture en fonction de la teneur en eau pour l'Eponal 380 - (a) échelle linéaire et (b) échelle logarithmique de l'ordonnée (les points clairs représentent les valeurs des éprouvettes après séchage)	141
Figure II-B-17 : Spectres isochrones (fréquence de 5 Hz) du module de conservation $E'$ pour les éprouvettes des différents adhésifs vieillis dans l'eau distillée (a1) à (e1), ou vieillis dans la solution alcaline représentative du milieu béton (a2) à (e2)	143
Figure II-B-18 : Spectres isochrones (fréquence de 5 Hz) du facteur d'amortissement $\tan \delta$ pour les éprouvettes des différents adhésifs vieillis dans l'eau distillée (a1) à (e1), ou vieillis dans la solution alcaline représentative du milieu béton (a2) à (e2)	144
Figure II-B-19 : Modélisation des effets de plastification sur la température de relaxation mécanique $T_\alpha$ de l'EPONAL 380 – Evolutions expérimentale et théorique de $T_\alpha$ en fonction de $y(r)$ .	146
Figure II-C-1: Thermogrammes DSC de l'adhésif EPONAL 380 prélevé sur les assemblages collés, après différentes périodes de conservation à température ambiante (zoom sur la partie des thermogrammes montrant le pic de relaxation structurale) - (vitesse de chauffage de 10°C/mn)	148
Figure II-C-2: Evolution de l'excès d'enthalpie par rapport à l'équilibre en fonction du temps de conservation à 20°C, pour les échantillons d'EPONAL 380 prélevés sur assemblages collés et pour les échantillons massiques - Données expérimentales ( $\diamond$ ) régressions logarithmiques (—)	149
Figure II-C-3 : Comparaison entre les cinétiques d'absorption expérimentales des joints de colle EPONAL 380 et les simulations obtenues pour des échantillons massiques de dimensions équivalentes (immersion dans l'eau distillée et dans la solution alcaline représentative du milieu béton)	151
Figure II-C-4 : Cinétique de désorption expérimentale des joints d'EPONAL 380 (o) et simulations théoriques obtenues à partir du modèle de diffusion/relaxation pour les joints et les échantillons massiques immergés dans la solution alcaline	153
Figure II-C-5: Evolutions expérimentales et théoriques en fonction du temps des prises de masse des joints d'EPONAL 380 immergés dans la solution alcaline (absorption et réabsorption)	154
Figure II-C-6: Evolution expérimentale en fonction du temps des prises de masse des joints d'EPONAL 380 immergés dans la solution alcaline pour un cycle complet absorption-désorption-réabsorption (o) et évolution théorique pour un échantillon massique de mêmes dimensions immergé dans l'eau distillée (—)	155
<b>Chapitre III</b>	
Figure III-A-1: Schéma de l'assemblage collé et du montage nécessaire à la réalisation de l'expérience de traction homogène	163
Figure III-A-2: Notations utilisées pour la résolution théorique du problème de traction homogène sur deux tubes cylindriques collés	165
Figure III-A-3: Allure des courbes théoriques issues du modèle du premier gradient de l'endommagement pour l'essai de traction homogène (les coefficients du modèle ont été choisis de façon à obtenir des résultats du même ordre de grandeur que les résultats expérimentaux)	168
Figure III-A-4: Expérience de traction homogène sur les tubes en acier collés à l'EPONAL 380 (hauteur du collage de 3mm). La force imposée est de 5,5kN, le déplacement des capteurs montre le fluage de l'adhésif sous chargement constant. L'expérience a été menée jusqu'à la rupture du joint de colle (rupture cohésive) au bout de 7630 secondes environ.	168

Figure III-A-5: Modélisation des résultats d'un essai de traction homogène à force imposée constante $F=5.5\text{kN}$ . L'accroissement moyen de la hauteur du joint de colle est obtenu en effectuant la moyenne des déplacements mesurés par les trois capteurs. Les courbes théoriques sont obtenues en prenant: $C_{vit} = 3,6 \times 10^7 \text{ J.s/m}^2$ , $\omega = 0,02 \text{ J/m}^2$ , $k_z = 1,1 \times 10^{11} \text{ N/m}^3$ . Le décalage d'origine est de $2\mu\text{m}$ .	169
Figure III-A-6: Cycles de chargements imposés sur l'assemblage des deux tubes en acier collés à l'EPONAL 380. La force varie entre 0 et 5,5 kN.	171
Figure III-A-7: Résultats expérimentaux pour une expérience de cycles charges/décharges à 5,5 kN sur les tubes en acier collés à l'EPONAL 380	171
Figure III-A-8: Evolution de l'écart moyen à l'épaisseur initiale du joint de colle au cours du temps après arrêt de la sollicitation	172
Figure III-A-9: Dépendance linéaire en temps du logarithme de l'épaisseur du joint de colle (l'approximation linéaire est effectuée simultanément sur les trois expériences, après avoir soustrait le déplacement résiduel, puis les exponentielles correspondantes ont été tracées pour chaque expérience) - Les fluctuations aux temps longs correspondent aux variations de température dans le laboratoire au cours de la nuit.	172
Figure III-A-10: Courbes de déplacement mesuré/force imposée pour les chargements successifs au cours d'une expérience de traction homogène	173
Figure III-A-11: Evolution de l'indicateur de l'endommagement au cours d'une expérience de traction homogène, comparée avec l'évolution de la variable d'endommagement du modèle (valeurs des paramètres adaptées à la modélisation du fluage sur le palier de 5000s de l'expérience correspondante: $C_{vit} = 4,2 \times 10^7 \text{ J.s/m}^2$ , $\omega = 0,015 \text{ J/m}^2$ , $k_z = 1,3 \times 10^{11} \text{ N/m}^3$ )	174
Figure III-A-12: Courbe expérimentale présentant le signal des trois capteurs au cours de la rupture de l'assemblage. Le tracé correspondant au capteur 1 montre que la zone du joint de colle correspondante ne résiste plus à la traction: on a une nette augmentation de l'ouverture du joint de colle au niveau du capteur 1, alors qu'elle reste sensiblement la même au niveau des deux autres capteurs.	175
Figure III-A-13: Comparaison de l'évolution de la variable d'endommagement du modèle de premier gradient de l'endommagement avec le signal des trois capteurs de déplacement (valeurs des paramètres adaptées à la modélisation du fluage sur le palier de 5000s de l'expérience correspondante: $C_{vit} = 4,2 \times 10^7 \text{ J.s/m}^2$ , $\omega = 0,015 \text{ J/m}^2$ , $k_z = 1,3 \times 10^{11} \text{ N/m}^3$ )	175
Figure III-A-14 : Résultat de la modélisation des données expérimentales par le modèle du premier gradient de l'endommagement amélioré pour une expérience de traction homogène à 5,5kN menée jusqu'à la rupture de l'assemblage. On trace également la courbe théorique correspondante pour la variable d'endommagement. Les valeurs des coefficients du modèle sont: $C_{vit} = 7,2 \times 10^4 \text{ J.s/m}^2$ , $k = 1,9 \times 10^{12} \text{ N/m}^3$ , $\omega = 10,3 \text{ J/m}^2$ et $\tau = 5500 \text{ s}$ .	183
Figure III-A-15: Résultat de la modélisation des données expérimentales par le modèle du premier gradient de l'endommagement amélioré pour une expérience de recouvrement. Les valeurs des coefficients du modèle sont : $C_{vit} = 7,2 \times 10^4 \text{ J.s/m}^2$ , $k = 1,9 \times 10^{12} \text{ N/m}^3$ , $\omega = 10,3 \text{ J/m}^2$ et $\tau = 5500 \text{ s}$ .	183
Figure III-B-1: Schéma de principe du montage de l'assemblage collé utilisé pour les essais en cisaillement pur.	185
Figure III-B-2 : Schéma de l'expérience de cisaillement sur des joints à double recouvrement.	186
Figure III-B-3: Schémas des efforts s'exerçant sur un élément de plaque constituant l'assemblage collé	186
Figure III-B-4: Allure des efforts membranaires et du cisaillement (a), ainsi que des déplacements (b) prévus par un modèle élastique pour un joint acier/acier à double recouvrement dont les dimensions sont $h=5\text{mm}$ , $b=20\text{mm}$ , $e=30\text{mm}$ et $l=50\text{mm}$ , soumis à une force de traction de 2kN.	190

Figure III-B-5: Courbes force/allongement réalisées après différentes durées de traction du joint à double recouvrement à 10kN	194
Figure III-B-6: Evolution en fonction du temps d'essai cumulé d'un indicateur de l'endommagement de l'interface pour un joint à double recouvrement soumis à une force de 10kN	195
Figure III-B-7 : Courbes de relaxation à force imposée de 10kN, après différents cycles de chargement sur le joint à double recouvrement (allongement de 200 $\mu\text{m}$ environ)	195

### Annexes

Figure A3-1: Schéma d'une éprouvette parallélépipédique utilisée pour les mesures de prise en eau	219
Figure A3-2: Allure du profil de concentration dans les éprouvettes d'Eponal 380 au cours du temps pour une diffusion de type loi de Fick uniquement (bonne approximation du cas de l'eau distillée) avec $D=3.75 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ .	222
Figure A3-3: Assemblage collé de plaquettes d'acier inoxydable, utilisé pour les mesures d'absorption d'eau	223
Figure A3-4: Allure du profil de concentration dans un joint de colle d'Eponal 380 au cours du temps pour une diffusion de type loi de Fick uniquement (bonne approximation du cas de l'eau distillée) avec $D=3.75 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ .	226