



HAL
open science

**Durabilité des interfaces collées béton/renforts
composites : développement d'une méthodologie d'étude
basée sur un dispositif de fluage innovant conçu pour
être couplé à un vieillissement hygrothermique**

Noureddine Houhou

► **To cite this version:**

Noureddine Houhou. Durabilité des interfaces collées béton/renforts composites : développement d'une méthodologie d'étude basée sur un dispositif de fluage innovant conçu pour être couplé à un vieillissement hygrothermique. Autre. Université Paris-Est, 2012. Français. NNT : 2012PEST1138 . tel-00765147

HAL Id: tel-00765147

<https://theses.hal.science/tel-00765147>

Submitted on 14 Dec 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Thèse de doctorat de l'Université Paris-Est

Structures et Matériaux

Noureddine HOUHOU

Durabilité des interfaces collées béton/renforts composites: développement d'une méthodologie d'étude basée sur un dispositif de fluage innovant conçu pour être couplé à un vieillissement hygrothermique.

Soutenue le 28/09/2012

Jury :

Jean-Yves COGNARD	<i>ENSTA Bretagne</i>	<i>Rapporteur</i>
Emmanuel FERRIER	<i>Université Lyon 1</i>	<i>Rapporteur</i>
Gilles FORET	<i>Université Paris-Est, ENPC</i>	<i>Examineur</i>
Lucas DA SILVA	<i>Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (FEUP)</i>	<i>Examineur</i>
Yvon GICQUEL	<i>Société SIKA France</i>	<i>Examineur</i>
Marc QUIERTANT	<i>Université Paris-Est, IFSTTAR</i>	<i>Examineur, Conseiller d'études</i>
Sylvain CHATAIGNER	<i>LUNAM Université, IFSTTAR</i>	<i>Examineur</i>
Karim BENZARTI	<i>Université Paris-Est, IFSTTAR</i>	<i>Directeur de thèse</i>

Remerciements

Cette étude a été réalisée à l'IFSTTAR – Paris, au sein du département Matériaux, en collaboration avec le Département Laboratoire d'Autun (DLA), d'octobre 2009 à septembre 2012. Je remercie d'abord Monsieur DIVET, chef du groupe MAT4 à l'IFSTTAR et Monsieur AUBAGNAC chef du groupe Ouvrages d'Art au DLA, de m'avoir accueilli dans leurs services et d'avoir mis à ma disposition les moyens nécessaires à la réalisation de ce travail.

Je remercie en premier lieu l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu porter à ce travail, et plus particulièrement, Monsieur FORET, d'avoir accepté de présider ce jury, Monsieur COGNARD et Monsieur FERRIER d'avoir accepté d'être rapporteur de ma thèse, mais aussi Messieurs DA SILVA, CHATAIGNER et GICQUEL pour leurs remarques pertinentes et leurs idées venant enrichir les perspectives de cette étude.

Je voudrais ensuite remercier très sincèrement Monsieur BENZARTI (directeur de cette thèse) et Monsieur QUIERTANT (mon conseiller d'études) pour le temps qu'ils ont consacré au suivi efficace de mes travaux, pour leurs idées et remarques m'ayant permis d'éviter bien des erreurs en termes d'interprétation des résultats, pour les relectures minutieuses des divers rapports, articles ainsi que du présent manuscrit.

Ce travail comprenait un programme expérimental lourd, qui a pu être réalisé grâce à l'implication de plusieurs personnes (que celles que j'oublie ici me pardonnent). J'adresse une pensée particulière à Céline MARTY (technicienne à l'IFSTTAR) et à André FLETY (technicien au DLA), qui m'ont énormément aidé pendant ces années ainsi que pour leur disponibilité, leur humour et pour nos discussions enrichissantes aussi bien sur le plan scientifique que sur le plan humain. Je remercie également Sylvain CHATAIGNER (IFSTTAR), Marjorie RABASSE et Georges YOUSSEF (DLA) pour leurs implications et leurs idées qui ont enrichi cette étude, ainsi que Annie WEI, Celine BESSE et Catherine LAVAUD pour les charges administratives, Gérard PLATRET et Nicolas BARBERIS pour la résolution de tous mes problèmes informatiques. Ne pouvant pas citer tous les agents de MAT4 et du DLA avec lesquels j'ai passé de bons moments, je vous adresse à tous un grand merci.

Je ne saurais oublier évidemment mes collègues, Mohamad, Jeremy, Clément, Ines, Manuela, Arnaud et Jonathan avec qui j'ai pu travailler dans la joie et la bonne humeur.

Un immense merci à une personne très spéciale, que j'ai rencontré au cours de cette thèse, qui a su me soutenir et me supporter dans les moments les plus stressants.

Mes dernières pensées iront vers ma famille, et surtout mes parents, qui m'ont permis de poursuivre mes études jusqu'à aujourd'hui.

Les matériaux composites rencontrent depuis de nombreuses années un large développement de leurs applications structurelles en génie civil et en construction, notamment dans le domaine de la réparation et du renforcement de structures en béton armé par collage externe d'armatures composites. Devant la multiplication des chantiers mettant en œuvre cette technique, il est légitime de s'interroger sur la durabilité des réparations effectuées, et plus particulièrement sur le comportement mécanique à long terme des interfaces collées béton/composite exposées à des sollicitations mécaniques et environnementales durant tout le cycle de vie de l'ouvrage.

Pour être représentative des conditions de service sur ouvrage, l'étude de la durabilité d'un assemblage collé ne paraît pertinente que si elle intègre les effets synergiques des contraintes mécaniques et environnementales. En effet, de nombreuses études menées à l'échelle du matériau démontrent que ce type de couplage accélère significativement les processus de dégradation des polymères (et donc des adhésifs utilisés dans la technique de renforcement étudiée). Cependant, les phénomènes de vieillissement des assemblages collés sous sollicitations couplées restent largement inexplorés. En effet leur analyse nécessite la maîtrise de concepts appartenant à deux domaines (physico-chimique et mécanique) et la synergie entre les deux types de mécanismes reste difficile à appréhender. Leur étude nécessite de plus le développement de méthodes expérimentales spécifiques.

Partant de ce constat, le programme de recherche développé dans le cadre de cette thèse a pour principal objectif de concevoir, réaliser et valider une méthodologie d'étude des effets du vieillissement des interfaces collées, basée sur l'utilisation d'un dispositif de fluage innovant pouvant être couplé à un vieillissement hygrothermique. Celui-ci reprend la configuration classique de joint à double recouvrement mais permet de solliciter sous charge constante l'assemblage collé béton/composite. Il présente de plus certaines spécificités (zones de joint non sollicitées, compatibilité avec une machine d'essai à simple recouvrement existante,...) qui permettent de collecter des résultats expérimentaux complémentaires.

En premier lieu, nos travaux présentent une synthèse bibliographique retraçant le contexte du renforcement par composites collés et précisant les principaux mécanismes physico-chimiques susceptibles d'affecter la durabilité des adhésifs.

Le manuscrit décrit ensuite les travaux expérimentaux menés pour étudier le comportement mécanique et physico-chimique des deux adhésifs sélectionnés pour la réalisation des joints collés béton/composites. Une approche prédictive basée sur i) des tests de fluage thermo-stimulés, ii) sur l'application du Principe de Superposition Temps-Température

et iii) sur l'utilisation du modèle rhéologique de Burgers, permet alors de proposer un modèle de fluage non linéaire pour chacun des deux systèmes de colle.

La seconde partie des travaux expérimentaux concerne la conception et la validation d'un dispositif innovant destiné à la caractérisation du comportement en fluage des interfaces collées béton/composite. Un élément important du cahier des charges de ce dispositif était d'en limiter l'encombrement, de sorte qu'il soit possible de tester plusieurs corps d'épreuve dans une chambre climatique au volume réduit, en vue d'étudier les effets synergiques du fluage et du vieillissement environnemental sur la durabilité des joints collés. Dans ce contexte, un prototype capable de solliciter en fluage trois corps d'épreuves à double recouvrement réalisés avec le procédé de renforcement *Sika®Carbodur®S* et connectés sur un unique circuit hydraulique, a été conçu et réalisé. Les résultats issus du prototype ont permis de le valider, en vérifiant notamment le maintien dans le temps de la charge appliquée, et le comportement symétrique des corps d'épreuve à double recouvrement. Le comportement mécanique des interfaces collées s'est révélé répétable, symétrique et conforme aux diverses modélisations réalisées, soit en calculant la réponse instantanée de l'interface au moyen d'un logiciel aux Eléments Finis (E.F.) ou à partir du modèle analytique de Völkersen, soit en calculant la réponse différée de l'interface en intégrant le modèle de fluage non linéaire de l'adhésif identifié précédemment dans le calcul aux E.F..

La dernière partie des travaux présentés dans le manuscrit concerne la réalisation d'un banc complet de fluage comportant 14 corps d'épreuves à double recouvrement. Ces corps d'épreuve sont réalisés pour moitié avec le système de renforcement *Sika®Carbodur®S* et pour l'autre moitié avec le système *Compodex® C12*. Le banc de fluage est installé dans la salle de vieillissement hygrothermique du Département Laboratoire d'Autun (40°C ; 95% H.R.). Tous les corps d'épreuves sont sollicités en fluage par un système de chargement alimenté par un circuit hydraulique similaire du prototype, mais complété par une centrale hydraulique régulant la pression à partir de la mesure d'un capteur de pression. Pour compléter ces caractérisations sur interfaces collées, des essais de vieillissement sont également menés sur des éprouvettes d'adhésifs massiques stockées dans la salle climatique, certaines d'entre elles étant simultanément soumises à des sollicitations de fluage. Cette campagne, ayant débuté récemment et devant se poursuivre sur plusieurs mois, seuls les premiers résultats sont fournis dans le document.

Mots Clés: Joints collés béton/composite, Fluage, Principe de Superposition Temps-Température, Modélisation analytique/éléments finis, Durabilité, Sollicitations couplées

Abstract

Fiber-reinforced polymer (FRP) composite materials have been, for many years, subject to an extensive development of their structural applications in civil engineering and construction, particularly in the fields of rehabilitation and strengthening of reinforced concrete (RC) structures by bonding of external reinforcements. Due to the growing number of sites implementing this technique, a major concern is the durability of the repairs and the long-term mechanical behavior of concrete/ composite adhesively bonded interfaces exposed to mechanical and environmental ageing mechanisms throughout the life cycle of the structure.

In order to account for actual in-service conditions, durability studies should investigate the synergistic effects of mechanical and environmental ageing mechanisms on the performances of concrete/composite bonded assemblies. Indeed, previous studies from the literature showed that this synergy may increase the degradation rate of polymer materials (and hence of adhesive joints). However, the aging process of bonded joints under coupled stresses remains largely unexplored. Its analysis requires not only the knowledge of concepts related to Physical-chemistry and Mechanics, but also the development of specific experimental methods.

In this context, the main objective of the present research is to design, realize and validate a methodology for studying aging of bonded interfaces, based on the development of an innovative experimental creep device that can be coupled to hydrothermal aging. This device is based on the double-lap joint shear test configuration and enables to apply a constant load to the bonded assembly. In addition, this device combines other complementary features (unsolicited bonded joint zones, compatibility with an existing single lap shear test machine ...) that allow collecting useful complementary data.

First, our work presents a literature review outlining the context of strengthening by bonded composite and specifying the main physicochemical mechanisms that may affect the durability of adhesive joints.

Then, the manuscript describes the experimental characterizations carried out to assess both mechanical and physicochemical behaviors of the two adhesives selected for this study and which will be used to bond the composite on RC specimens in a later stage. Finally, a predictive approach based on i) thermo-stimulated creep tests, ii) on the application of the Time-Temperature-Superposition Principle and iii) on the use of the Burger's rheological model, allowed us to propose a non-linear creep model for each of the two adhesive systems.

The second part of the experimental work is devoted to the design and validation of an

innovative device for characterizing the creep behavior of concrete / composite adhesively bonded interfaces. An important requirement in the specifications was to reduce the size of the experimental device, so that several test specimens could be installed in a climatic room of limited volume, in order to study the synergistic effects of creep and hydrothermal ageing on the joint durability. In this line, a prototype involving three double-shear test-specimens loaded by flat jacks actuated by a centralized hydraulic system, was designed and realized (test-specimens were prepared using the *Sika®Carbodur® S* strengthening system). Collected data made it possible to validate the creep setup, by checking the constancy of the applied load over time, and the symmetrical behavior of the double lap shear test bodies. The mechanical behavior of the bonded interfaces was found to be repeatable, symmetrical and in a fair agreement with numerical and analytical modeling, done either by calculating the instantaneous response of the interface using a finite element (FE) approach and the analytical Völkersen's model, or by simulating the delayed creep response of the interface using a FE model in which the non-linear creep behavior of the adhesive layer had been implemented.

The last chapter of the manuscript presents the realization of a full-scale creep setup involving fourteen double lap test specimens. Half of the test specimens were strengthened with *Sika®Carbodur® S* and the other half with *Compodex® C12* reinforcing composite system. This creep setup was installed in the climatic room of the Département Laboratoire d'Autun (40°C, 95% R.H.). Test specimens are creep loaded thanks to flat jacks powered by a hydraulic system similar to that used in the prototype, but supplemented by an electronic station that ensures pressure regulation in the circuit, based on the measurements of a pressure sensor. In addition to these characterizations on bonded interfaces, complementary tests are also conducted on samples of the bulk adhesive material stored in the climatic room, some of these samples being simultaneously subjected to creep loading. As this experimental campaign has started recently and is planned to continue over several months, only the first results are provided in the document.

Keywords: Concrete/composite bonded joints, Creep, Time-Temperature-Superposition Principle, Analytical/finite element modeling, Durability, Ageing

INTRODUCTION GENERALE	13
I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	17
I.1. Généralités sur les réparations par composites collés.....	17
<i>I.1.1 Application des matériaux composites en génie civil</i>	<i>17</i>
<i>I.1.2 Problématiques de durabilité</i>	<i>21</i>
I.2. Matériaux constitutifs de l'assemblage béton/composites.....	23
I.2.1 Béton	23
i) Processus d'hydratation du ciment.....	23
ii) Porosité du béton.....	24
I.2.2 Matériaux composites.....	26
i) Fibres de renfort	27
ii) Matrice polymère	28
iii) Caractéristiques mécaniques élastique du composite	28
I.2.3 Adhésifs structuraux	33
i) Formulations industrielles spécifiques au génie civil.....	33
ii) Formation du réseau polymère et température de transition vitreuse (Tg).....	35
iii) Propriétés mécaniques et comportement viscoélastique des adhésifs	35
I.3. Caractérisation mécanique des assemblages collés.....	37
I.3.1 Généralités	37
I.3.2 Cas des joints collés béton/composites	38
I.3.3 Analyse du comportement élastique linéaire des joints collés	40
i) Hypothèse de répartition uniforme des contraintes de cisaillement	40
ii) Analyse de Völkersen.....	41
iii) Analyse de T.O.M. [TSA 98] (Völkersen modifié).....	46
I.4. Généralité sur les études de durabilité des interfaces collées de la littérature	51
I.4.1 Influence du vieillissement hygrothermique	52
i) Aspects microscopiques	52
ii) Aspects macroscopiques.....	54
I.4.2 Comportement en fluage	57
i) Généralités sur le fluage des polymères et des adhésifs	57
ii) Fluage des interfaces collées	65
I.5. Conclusion du Chapitre I	70
II ETUDE EXPERIMENTALE ET THEORIQUE DU COMPORTEMENT EN	
FLUAGE DES ADHESIFS	71
II.1. Caractérisations physico-chimique et mécanique des adhésifs.....	71
II.1.1 Présentation des systèmes commerciaux étudiés	71
II.1.2 Caractérisation des charges et extraction des liants organiques	74

i)	Caractérisation des charges par analyses MEB/EDS.....	74
ii)	Détermination des teneurs en charges et extraction des liants.....	78
II.1.3	Préparation des échantillons	80
II.1.4	Etude de la transition vitreuse et des caractéristiques viscoélastiques des adhésifs au voisinage de T_g	82
i)	Etude de la transition vitreuse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	82
ii)	Caractéristiques viscoélastiques au voisinage de la transition vitreuse.....	84
II.1.5	Caractérisations mécaniques par essais de traction	93
II.2.	Comportement en fluage des adhésifs	96
II.2.1	Analyse du comportement en fluage à court terme	96
i)	Influence des constituants de l'adhésif.....	97
ii)	Influence de la température.....	100
II.2.2	Approche prédictive du comportement en fluage à long terme	103
i)	Cycles de fluage/recouvrance thermo-stimulés.....	103
ii)	Application du Principe de Superposition Temps-Température.....	106
iii)	Développement d'un modèle rhéologique non linéaire.....	111
II.3.	Influence du vieillissement hygrothermique	115
II.3.1	Cinétique de sorption	115
II.3.2	Influence du vieillissement sur le fluage des adhésifs	119
II.4.	Conclusion du Chapitre II	122
III	DISPOSITIF D'ETUDE ET MODELISATION DU FLUAGE DES INTERFACES COLLEES	123
III.1.	Principes de conception et plans de détail d'un dispositif de fluage des interfaces collées	124
III.1.1	Principaux éléments du cahier des charges lié à la conception du dispositif	124
III.1.2	Dispositif expérimental – Principe de fonctionnement	125
III.1.3	Géométrie des blocs supports en béton – compatibilité avec l'essai du DLA	126
III.1.4	Caractéristiques des plats composites mis en œuvre sur le prototype	128
III.1.5	Dispositif expérimental – Plans de détail des pièces de transmission	131
III.1.6	Capacités du dispositif de chargement	134
III.2.	Réalisation d'un prototype de banc de fluage	134
III.2.1	Spécificités du prototype	134
III.2.2	Description des phases de fabrication des dispositifs	136
III.2.3	Instrumentation liée au prototype	139
III.2.4	Système hydraulique et chargement de fluage du prototype	142
III.3.	Etapas de validation du prototype de banc de fluage	144
III.3.1	Vérification de la stabilité des conditions de sollicitation et de la symétrie de comportement du corps d'épreuve	144
i)	Maintien de l'effort et de la température.....	145

ii)	Vérification de la symétrie du comportement immédiat des corps d'épreuves	146
iii)	Vérification de la symétrie du comportement à long terme des corps d'épreuves	149
III.3.2	<i>Vérification de la compatibilité des corps d'épreuve avec l'essai de cisaillement à simple recouvrement du Département Laboratoire d'Autun</i>	151
III.3.3	<i>Modélisation analytique et numérique du comportement élastique linéaire des essais à double recouvrement : étude de la répartition de la contrainte de cisaillement le long de l'interface collée</i>	154
i)	Répartition de la contrainte de cisaillement le long du joint collée issue à partir des résultats expérimentaux	155
ii)	Calcul du profil de cisaillement avec le modèle de Völkersen	157
iii)	Modélisation numérique sous CESAR-LCPC	159
iv)	Comparaison entre les résultats expérimentaux, la modélisation aux EF 2D et le modèle de Völkersen – Conclusions	166
III.4.	Comportement en fluage des joints collés béton/composite	167
III.4.1	<i>Mesure de l'évolution des profils de déformation au cours du temps</i>	167
III.4.2	<i>Modélisation aux EF du comportement en fluage des assemblages collés</i>	169
i)	Modélisation du comportement de fluage sous le module VISC et validation à partir des essais de fluage en traction de l'adhésif	169
ii)	Complément de validation du modèle équivalent de Burgers à partir d'essais de la bibliographie	172
III.4.3	<i>Modélisation du fluage non-linéaire de l'assemblage collé étudié</i>	175
III.5.	Conclusion du Chapitre III	181
IV	ETUDE DU FLUAGE DES INTERFACES COLLEES COUPLE A UNE SOLLICITATION HYGROTHERMIQUE	183
IV.1.	Description du programme expérimental	184
IV.1.1	<i>Généralités</i>	184
IV.1.2	<i>Salle de vieillissement hygrothermique du Département Laboratoire d'Autun</i>	186
IV.1.3	<i>Principe et application de la sollicitation de fluage/vieillissement hygrothermique des joints collés</i>	188
i)	Fabrication des corps d'épreuve pour l'étude des joints collés	188
ii)	Instrumentation des corps d'épreuve et centrale d'acquisition.....	189
iii)	Système hydraulique	191
IV.1.4	<i>Essais de vieillissement sur éprouvettes d'adhésifs</i>	195
i)	Fabrication des échantillons	195
ii)	Portique de sollicitation des éprouvettes massiques.....	197
iii)	Synthèse des essais à réaliser sur les éprouvettes massiques.....	197
IV.2.	Premiers résultats expérimentaux	199
IV.2.1	<i>Evolution de l'écartement entre les blocs de béton dans les corps d'épreuve à double recouvrement</i>	199
IV.2.2	<i>Evolution des propriétés mécaniques du béton</i>	201

IV.2.3	<i>Evolution des propriétés des adhésifs</i>	202
i)	Cinétiques de sorption	202
ii)	Propriétés mécaniques	204
IV.2.4	<i>Evolution des caractéristiques mécaniques résiduelles des joints collés béton/composite</i>	207
i)	Evolution de la capacité en cisaillement des joints	207
ii)	Evolution des modes de rupture lors des essais de cisaillement	208
iii)	Fonctionnement du joint collé en cisaillement	209
iv)	Essais de pastillage	214
IV.3.	Conclusion du Chapitre IV	219
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES		220
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES		224
ANNEXE A		233
ANNEXE B		234
ANNEXE C		235

INTRODUCTION GENERALE

Alliant légèreté et performances mécaniques exceptionnelles, les matériaux composites sont utilisés depuis de nombreuses années dans les secteurs industriels de pointe comme l'aéronautique ou l'automobile. D'importants efforts de recherche ont été consentis par les entreprises concernées et les pouvoirs publics pour optimiser les constituants de base et faire évoluer les procédés de fabrication de ces matériaux, si bien que les composites sont aujourd'hui capables de répondre à des exigences de qualité et de durabilité très strictes et peuvent concurrencer les matériaux traditionnels comme l'acier.

L'utilisation des matériaux composites dans le secteur de la construction et du génie civil est quant à elle beaucoup plus récente. Confrontés au problème du vieillissement des infrastructures et à l'augmentation du trafic routier, les ingénieurs en génie civil ont pris conscience du potentiel des matériaux composites pour les applications structurelles et le renforcement des ouvrages en béton vers la fin des années 80. Là encore, les remarquables performances mécaniques, la résistance à la corrosion, la légèreté et la grande facilité de mise en œuvre sur chantier constituent les principaux atouts des composites par rapport aux matériaux traditionnels. Le renforcement d'ouvrages par collage externe de matériaux composites, développé à partir des années 1990, s'est ainsi progressivement imposé au détriment de la technique de réparation classique par tôles d'acier collées, cette dernière nécessitant le recours à de lourds équipements de chantier et le traitement anticorrosion des tôles métalliques [THE 97]. La technique de renforcement par collage de tissus ou de lamelles stratifiées à base de fibres de carbone (Figure 1) est aujourd'hui devenue une pratique courante dont l'efficacité est reconnue en France et dans le monde entier [ACI 08], [QUI 11], [KAR 01], [AFG 11], [CRO 11].

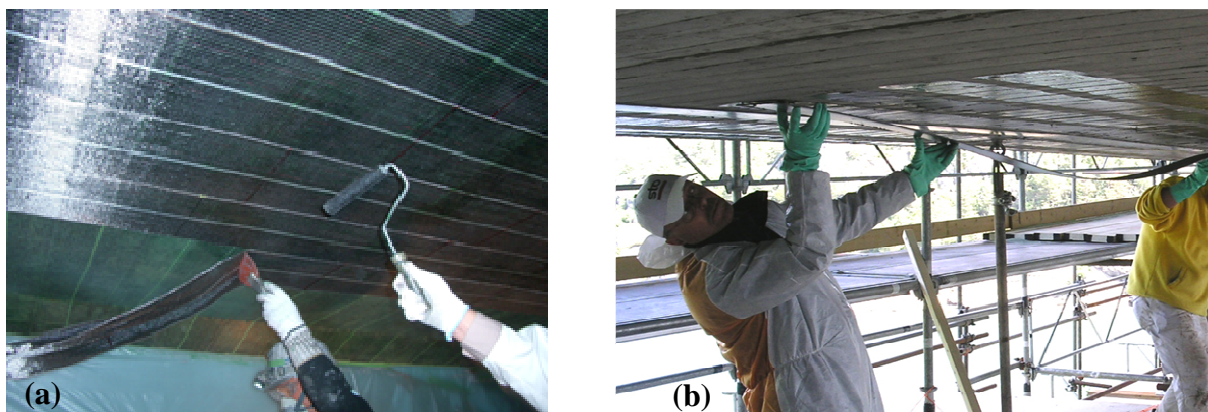


Figure 1 : Procédés de renforcement de structures par collage de tissus (a) ou de lamelles stratifiées (b) à base de fibres de carbone.

Néanmoins, devant la multiplication des chantiers mettant en œuvre ces nouveaux matériaux, il est légitime de s'interroger sur le comportement à long terme des réparations effectuées. Les renforts composites utilisés en construction présentent en effet certaines spécificités par rapport aux autres composites industriels, qui laissent planer des incertitudes concernant leur durabilité dans les conditions de service :

- ils présentent notamment des particularités en termes de constituants de base (utilisation de résines ou d'adhésifs époxy polymérisables à basse température, moins performants que les systèmes haute température), ou en termes de mise en œuvre (beaucoup d'opérations sont réalisées manuellement, comme la préparation de surface des adhérents, l'imprégnation en résine des tissus ou le marouflage). Ces facteurs peuvent altérer la qualité des composites et de l'interface collée béton/composite, augmenter leur sensibilité aux sollicitations extérieures, et compromettre l'efficacité du renforcement sur le long terme,
- ils peuvent être exposés à des sollicitations complexes résultant des conditions climatiques environnantes (cycles d'humidité et de température, gel/dégel,...) ainsi qu'à d'importantes contraintes mécaniques appliquées sur la structure (charge permanente liée au poids propre de l'ouvrage, sollicitation cyclique engendrée par le trafic routier,...). Si les effets individuels des principaux facteurs climatiques (température, humidité) sur le comportement à long terme de l'interface béton/composite commencent à être appréhendés [*SIL 08*], [*KAR 09*], [*DAI 10*], [*BEN 11*], les synergies entre sollicitations environnementales et mécaniques restent encore largement inexplorées,
- la durée de vie escomptée pour les renforcements par composites collés est à mettre en relation avec celle des ouvrages de génie civil, qui est de l'ordre de 50 à 100 ans. Or les modèles actuels ne permettent pas de prédire de façon fiable la durabilité des renforcements sur des périodes aussi longues, et les méthodes empiriques basées sur des essais de vieillissement accélérés ne sont pas toujours représentatives des conditions de service de l'ouvrage. Dans ce contexte, une attente forte concerne le développement de modèles prédictifs capables de prendre en compte l'influence des vieillissements physico-chimiques des matériaux constitutifs (en particulier de l'adhésif) sur le comportement mécanique à long terme de l'assemblage collé béton/composite,
- enfin, la normalisation relative aux méthodes et procédures de caractérisation des systèmes de renforcement et des interfaces collées reste encore très insuffisante. Le développement de méthodes expérimentales permettant d'étudier l'effet de sollicitations

couplées environnementales et mécaniques est également souhaité.

En raison de ces limitations, certains bureaux d'études et maîtres d'ouvrages hésitent à recourir aux techniques de renforcement par composites collés, et le développement de ce procédé reste encore en retrait vis-à-vis des possibilités offertes.

Dans ce contexte, cette thèse a pour objectif de contribuer au développement d'une méthodologie d'étude de la durabilité des interfaces collées béton/composites sous sollicitations couplées mécaniques et environnementale. Le cœur du travail consiste i) à concevoir, réaliser et valider un dispositif expérimental innovant de fluage pouvant être disposé dans une enceinte de vieillissement hygrothermique, et ii) à développer une modélisation associée permettant de prévoir le comportement en fluage à long terme des assemblages collés béton/composites.

Le mémoire de thèse se compose de quatre chapitres :

- **Le premier chapitre** constitue une synthèse bibliographique exhaustive retraçant le contexte du renforcement par composites collés et précisant les principaux mécanismes physico-chimiques susceptibles d'affecter la durabilité des adhésifs. Le comportement en fluage des polymères et des assemblages collés y bénéficie d'une attention particulière, de même que les approches phénoménologique et les modèles rhéologiques développés dans la littérature pour prédire le comportement différé de ces matériaux.

- **Le second chapitre** est dédié à l'étude expérimentale et théorique du comportement en fluage de deux adhésifs commerciaux sélectionnés pour la réalisation des joints collés béton/composites de cette étude. Une première partie décrit les caractérisations physico-chimiques et mécaniques préalables réalisées sur ces adhésifs, en vue de dégager les rôles respectifs joués par la phase dispersée (nature et teneur des charges minérales) et par la microstructure de la matrice polymère sur la réponse viscoélastique des deux systèmes. La seconde partie propose une approche prédictive permettant d'évaluer des lois de comportement en fluage non linéaire pour les deux systèmes d'adhésifs. Dans une dernière partie, l'influence du vieillissement hygrothermique sur le comportement en fluage des adhésifs est analysée.

- **Le troisième chapitre** décrit les phases de conception et de validation du dispositif innovant destiné à caractériser le fluage des interfaces collées béton/composite. Les détails de la conception des corps d'épreuve et du système de mise en charge sont d'abord présentés et justifiés à partir des éléments du cahier des charges. Les étapes de réalisation d'un prototype permettant de solliciter en fluage trois corps d'épreuves à double recouvrement sont ensuite décrites, et les données expérimentales issues du prototype sont analysées en vue de valider le dispositif. La dernière partie propose une modélisation du comportement de fluage des

interfaces collées basée sur une approche aux éléments finis intégrant les lois de comportement en fluage non linéaires de la couche adhésive déterminées dans le chapitre précédent. Les simulations numériques sont alors comparées aux résultats expérimentaux fournis par le prototype sur une période de fluage de un mois.

- **Le dernier chapitre** concerne la réalisation d'un banc complet de fluage impliquant quatorze corps d'épreuves à double recouvrement préparés à partir de deux procédés de renforcement différents disponibles sur le marché. Ce banc de fluage est installé dans une salle de vieillissement hygrothermique à 40°C et 95% d'humidité relative, afin de coupler les sollicitations mécaniques et environnementales. La campagne expérimentale, qui est planifiée sur l'ensemble de l'année 2013, prévoit la réalisation d'essais destructifs à échéances régulières, afin de suivre l'évolution de la résistance résiduelle des interfaces collées béton/composites induite par le vieillissement sous charge. Des essais de vieillissement complémentaires sont également réalisés sur des éprouvettes d'adhésifs massiques stockées dans la salle climatique, certaines d'entre elles étant simultanément soumises à des sollicitations de fluage. Les premiers résultats de cette campagne expérimentale en cours sont présentés dans ce chapitre.

CHAPITRE I

Etude Bibliographique

Ce chapitre présente dans une première partie, le contexte général du renforcement des structures de génie civil par collage de matériaux composites. Les principales applications sont brièvement décrites, de manière à identifier les facteurs susceptibles d'affecter la durabilité des réparations dans les conditions usuelles de service.

Une seconde partie propose un état de l'art concernant les propriétés physico-chimiques et mécaniques des matériaux constitutifs de l'assemblage collé béton/composite, suivi d'un descriptif des méthodes de caractérisation mécaniques de ces assemblages. Les modèles de la littérature permettant d'analyser la répartition des contraintes le long des interfaces collées sont également passés en revue.

Finalement, une dernière partie aborde plus en détail la durabilité des interfaces collées, en portant une attention particulière à l'étude expérimentale et théorique du comportement en fluage de ces interfaces.

I.1. Généralités sur les réparations par composites collés

I.1.1 Application des matériaux composites en génie civil

Les chantiers de renforcement d'ouvrages par collage externe de polymère renforcés de fibres (PRF) se sont fortement multipliés à travers le monde au cours de la dernière décennie. En effet, cette technique de renforcement est maintenant considérée comme une solution efficace et financièrement compétitive pour prolonger la durée de vie des infrastructures en béton armé.

Le recours à un renforcement structurel peut être nécessaire pour plusieurs raisons :

- au cours de son cycle de vie, une structure en béton armé peut être atteinte de pathologies diverses entraînant une diminution progressive de sa capacité structurelle. La corrosion des armatures en acier est la cause la plus fréquente de détérioration des ouvrages. Initiée dans les zones carbonatées du béton armé où la diminution de pH engendre une dépassivation des aciers, la dégradation des aciers (et les phénomènes de fissuration du béton associés) peut réduire considérablement la résistance en traction

d'un élément de structure, menaçant alors potentiellement la stabilité de l'ouvrage. Le renforcement de l'élément endommagé par collage de matériaux composites peut alors permettre de restaurer, voire d'améliorer les capacités structurelles initiales, tout en bloquant la propagation des fissures et en constituant une barrière physique contre la pénétration d'agent délétères (eau, chlorures,...).

- des causes accidentelles (collision de véhicules, incendies) ou des actes de vandalisme peuvent également affecter l'intégrité d'un ouvrage et justifier une réhabilitation par collage de renforts composites,
- la capacité structurelle définie à la conception de l'ouvrage peut devenir insuffisante en cas d'évolution de l'affectation de l'ouvrage. Dans le cas des ponts routiers, les travaux de modification de l'ouvrage (par exemple son élargissement en vue d'augmenter le nombre de voies) visent bien souvent à accroître sa capacité à assumer un trafic routier plus important. Le renforcement de certains éléments de structure peut alors permettre de remettre à niveau l'ouvrage et de maintenir un niveau de sécurité satisfaisant pour les usagers,
- le renforcement préventif des infrastructures peut être indiqué dans les zones à fort risque sismique (particulièrement pour les piles de ponts), ou lorsqu'il s'agit d'ouvrages présentant un risque élevé pour la population (barrages, infrastructures situées en zone classée Seveso,...) et/ou un intérêt sociétal important (hôpitaux, ponts à fort trafic,...).

De manière générale, toutes les parties d'un ouvrage sont susceptibles d'être renforcées par collage de matériaux composites. Il existe trois applications principales en fonction du type de renforcement recherché [ISI 06]:

- les poutres, dalles et hourdis peuvent être renforcés à la flexion en collant des renforts composites unidirectionnels sur la face en traction (Figure I-1 (a)), les fibres du composite étant orientées selon l'axe longitudinal de l'élément de structure, suivant ainsi la direction des contraintes principales de traction.
- les mêmes éléments peuvent être renforcés à l'effort tranchant par collage de PRF (Polymères renforcés de fibres) sur les faces latérales, les fibres étant orientées perpendiculairement par rapport à l'axe longitudinal de la structure (Figure I-1 (b)),
- les colonnes peuvent être renforcées vis-à-vis des efforts axiaux, en les enveloppant par des PRF collés, les fibres étant orientées selon la direction circonférentielle (Figure I-1 (c)). Sous l'effet d'un effort de compression axial, la colonne se dilate et fait travailler

le composite en traction. Ce dernier développe un effet de confinement qui maintient le béton dans un état de contrainte triaxial. Le confinement augmente significativement la résistance et la ductilité de la colonne.

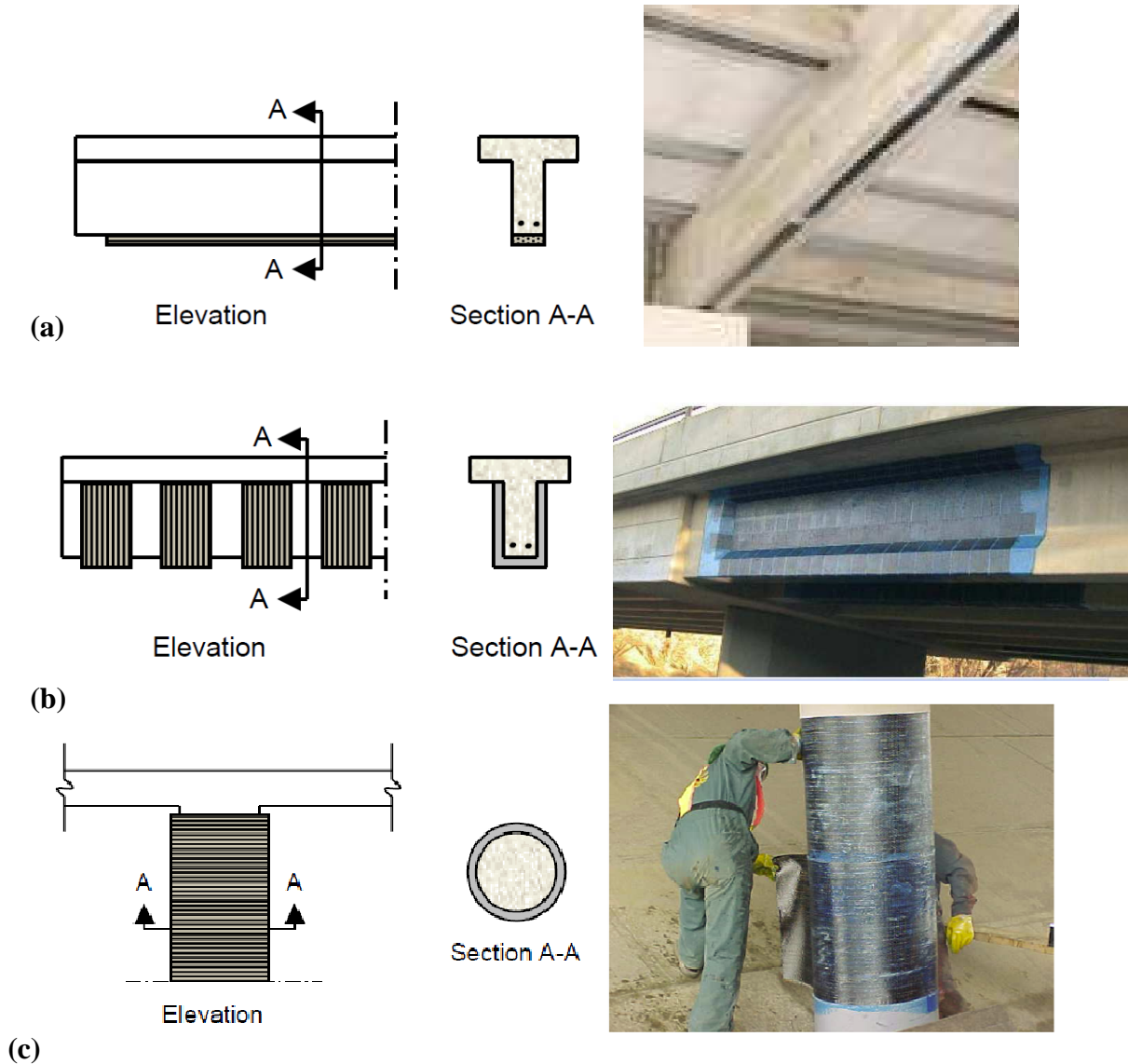


Figure I-1 Description des principales applications de renforcement par composites collés sur ouvrages de génie civil– Renforcement à la flexion de poutres (a), renforcement à l’effort tranchant de poutres (b) et confinement de colonnes (c). Source [ISI 06].

Il existe principalement deux méthodes pour la mise en œuvre des renforts composites et leur installation sur ouvrage :

- la première technique consiste à imprégner des tissus de fibres souples au moyen d’une résine époxy liquide et à les placer ensuite sur la structure à renforcer. Il s’agit d’une stratification au contact, dans laquelle la résine joue à la fois le rôle de matrice du composite, et celui d’adhésif assurant la liaison entre le composite et le substrat béton

(Figure I-2 (a)). La résine doit être suffisamment fluide pour assurer une bonne imprégnation du tissu et sa formulation doit permettre une polymérisation à température ambiante. La souplesse du tissu autorise l'emploi de cette technique pour le renforcement d'éléments de formes complexes.

- la seconde méthode consiste à utiliser des lamelles stratifiées rigides fabriquées en usine par le procédé de pultrusion (ce sont en général des composites carbone/époxy). Ces lamelles sont collées sur la surface en béton au moyen d'un adhésif époxy de consistance pâteuse et polymérisable à température ambiante (Figure I-2 (b)). Les lamelles rigides ne pouvant pas épouser les formes du support, cette technique est plutôt adaptée à des surfaces planes ou ayant de grands rayons de courbure.

Dans les deux types de procédé, plusieurs couches de tissus ou de lamelles peuvent être superposées en fonction de la rigidité recherchée du renfort.

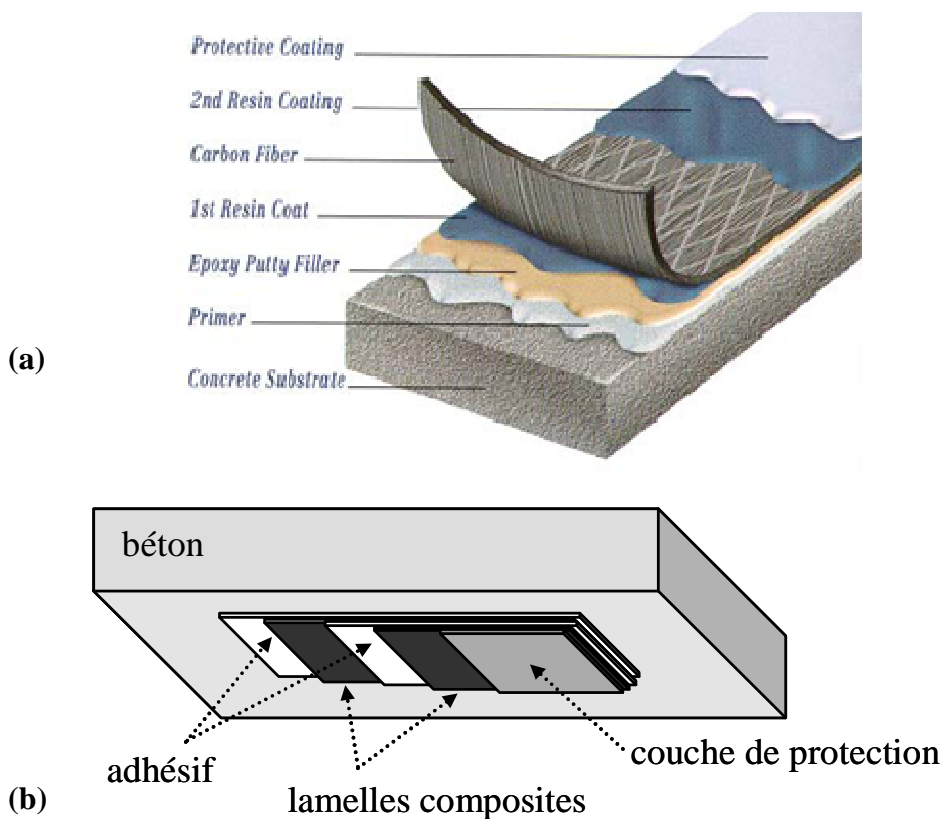


Figure I-2 Description des procédés de renforcement par collage de tissus de fibres de carbone (a) ou par collage de lamelles composites (b) (ici deux lamelles superposées).

Au cours de la dernière décennie plusieurs guides de recommandations ont été publiés dans divers pays, en vue de recenser les bonnes pratiques en matière de conception, dimensionnement et mise en œuvre des renforcements par composites collés. Le Tableau I.1 fournit la liste de quelques documents faisant référence dans le domaine. D'autres ouvrages généraux concernant l'utilisation des PRF en génie civil sont également disponibles ([BAK 02], [HOL 08], [HOL 10]).

Tableau I.1 : Principaux guides de recommandations pour le renforcement par PRF.

<i>Pays</i>	<i>Référence du document</i>
EUA	<ul style="list-style-type: none"> • ACI Committee 440.2R-08 (2008), Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Concrete Structures, American Concrete Institute, Michigan
Japon	<ul style="list-style-type: none"> • JSCE (2001). Recommendation for Upgrading of Concrete Structures with use of Continuous Fiber Sheets, Concrete Engineering Series 41, Japan Society of Civil Engineers, Tokyo
Canada	<ul style="list-style-type: none"> • ISIS Design Manual No. 4 (2006) – Strengthening Reinforced Concrete Structures with Externally—Bonded Fibre Reinforced Polymers (FRPs). ISIS Canada
Italie	<ul style="list-style-type: none"> • CNR (2004). Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Existing Structures – Materials, RC and PC structures, masonry structures, CNR-DT 200/2004, Italian National Research Council, Rome
France	<ul style="list-style-type: none"> • AFGC (2011), Réparation et renforcement des structures en béton au moyen des matériaux composites, Bulletin Scientifique et Technique de l'AFGC
Grande Bretagne	<ul style="list-style-type: none"> • TR55 (2004). Design guidance for strengthening concrete structures using fibre composite materials, Second Edition, Technical Report No. 55 of the Concrete Society, UK
Groupe européen	<ul style="list-style-type: none"> • Fédération Internationale du Béton (FIB)- (2001). Externally bonded FRP reinforcement for RC structures. Bulletin 14, Lausanne, Suisse

I.1.2 Problématiques de durabilité

Dans le cadre des applications précédentes, les renforts composites et les interfaces collées béton/composites sont exposés aux conditions climatiques sur ouvrage, tout en étant en contact avec le milieu alcalin du béton, et en subissant des contraintes mécaniques liées au fonctionnement en service de l'ouvrage (poids propre, trafic routier,...).

Dans ces conditions, la durabilité des systèmes de renforcement PRF a été définie par Karbhari *et al.* [KAR 03] comme « l'aptitude de ces matériaux à résister à la fissuration, à

l'oxydation, aux attaques chimiques, au délaminage, à l'usure, et aux endommagements causés par des objets extérieurs, pendant une période de temps donnée, dans des conditions de chargement mécanique données, et dans des conditions environnementales données ».

De manière générale, sept facteurs principaux d'origine physico-chimique ou mécaniques (Figure I-3) sont susceptibles d'entraîner la dégradation des PRF et des interfaces collées dans les conditions de service [ISI 06b]. L'influence relative de chacun de ces facteurs sur la durabilité des réparations va notamment dépendre :

- de l'état de dégradation de la structure avant réhabilitation, et de la qualité du support en béton (traitement de surface éventuel),
- de la nature des matériaux utilisés (matrice, fibres) et leur proportions relatives,
- du type de procédé (tissus ou lamelles collés) et de la qualité de mise en œuvre,
- des conditions d'exposition et de chargement sur l'ouvrage.

L'effet global de ces facteurs est pris en compte dans les guides de recommandation (cf. Tableau I.1) au moyen de coefficients de réduction appliqués aux propriétés mécaniques en traction et en cisaillement du renfort composite. Il s'agit de coefficients empiriques, qui ne font pas l'objet d'un consensus international, et dont les valeurs peuvent varier sensiblement d'un guide à l'autre. Leur optimisation dans les années à venir passera nécessairement par une meilleure compréhension des mécanismes de vieillissement mis en jeu.

Des effets de synergie entre ces différents facteurs sont également probables, mais restent très difficiles à appréhender car leur analyse nécessite la maîtrise de concepts appartenant à deux domaines différents (physico-chimie et mécanique) et leur étude expérimentale implique la mise au point de dispositifs spécifiques. L'objectif de cette thèse est justement de développer une méthodologie permettant d'étudier le couplage entre un facteur mécanique (charge constante appliquée) et deux facteurs environnementaux prédominants (humidité & température).

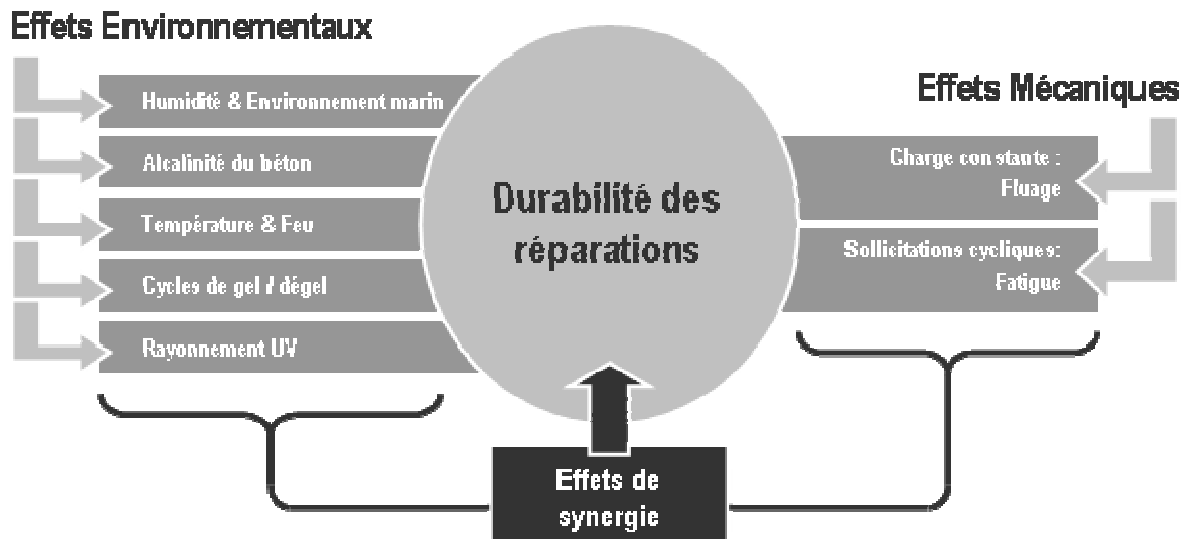


Figure I-3 Facteurs potentiellement délétères vis-à-vis de la durabilité des PRF et des interfaces collées béton/composites, d'après [ISI 06].

I.2. Matériaux constitutifs de l'assemblage béton/composites

I.2.1 Béton

Les bétons sont des matériaux complexes constitués:

- d'une phase continue, la matrice cimentaire, formée au cours de la réaction d'hydratation entre un liant hydraulique (le ciment) et l'eau de gâchage,
- d'une phase dispersée, constituée de granulats calcaires ou siliceux répartis dans la matrice. Elle forme un squelette inerte et assure en grande partie la résistance mécanique du béton,
- d'adjuvants spécifiques, destinés à modifier le comportement rhéologique du béton frais (plastifiants, accélérateurs/retardateurs de prise) ou à améliorer les performances du béton durci.

i) Processus d'hydratation du ciment

Les principaux constituants du ciment Portland qui interviennent avec l'eau lors des réactions d'hydratation sont le clinker (composé de silicates de calcium tricalcique C3S, bicalcique C2S, d'aluminate tricalcique C3A et d'alumino-ferrite de calcium C4AF) et le sulfate de calcium

(sous la forme de gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, d'hémihydrate $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ et d'anhydrite CaSO_4). La correspondance entre la notation cimentière de ces constituants et leur formule chimique est rappelée dans le Tableau I.2.

Tableau I.2 : Notation chimique cimentière.

Notation cimentière	C	S	H	S	F	A
Formule chimique	CaO	SiO_2	H_2O	SO_4	Fe_2O_3	Al_2O_3

Lors de l'hydratation, deux phénomènes interviennent consécutivement :

- ① la prise qui permet au mélange d'évoluer rapidement de l'état de suspension à celui de solide, et résulte de la formation des premiers hydrates de portlandite et de C-S-H. Ces hydrates remplissent rapidement les espaces existants entre les grains de ciment et donnent une raideur à la matrice ainsi formée. Ce sont les C-S-H, qui en se soudant entre eux et aux parois environnantes, constituent la « colle » du béton,
- ② le durcissement qui correspond à la période d'évolution des propriétés mécaniques, et présente une cinétique rapide au début, puis plus lente par la suite. En effet lors de l'hydratation, les hydrates vont former une couche de plus en plus dense autour des grains de silicates anhydres, gênant ainsi la diffusion des ions et de l'eau. Dans la majorité des cas, une partie du ciment restera ainsi anhydre, bien que l'hydratation se poursuive lentement pendant plusieurs années.

ii) Porosité du béton

La structure poreuse du béton dépend de l'arrangement granulaire et de la structuration de la matrice cimentaire. La plupart des caractéristiques mécaniques du béton, sa perméabilité, les phénomènes de diffusion ainsi que sa durabilité dépendent essentiellement de sa porosité (Figure I-4). Plus la porosité diminue, plus la perméabilité diminue et plus les propriétés mécaniques augmentent [MEH 86].

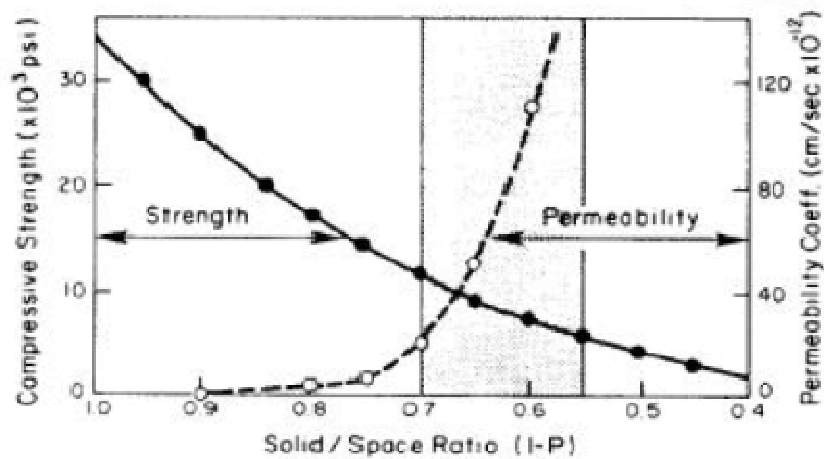


Figure I-4 Relation entre la perméabilité, la résistance à la compression et le niveau de porosité du béton [MEH 86].

Au sein du matériau, il existe ainsi de nombreux défauts. Par ordre décroissant de diamètre on retrouve (Figure I-5) [GCI 714]:

- les vides d'air et les défauts de compaction (diamètre > 1mm),
- les bulles d'air entraînées ($10\ \mu\text{m} < \text{diamètre} < 1\ \text{mm}$),
- les pores capillaires ($0,01\ \mu\text{m} < \text{diamètre} < 5\ \mu\text{m}$),
- les pores de gel (diamètre < $40\ \text{Å}$) qui contiennent de l'eau qui est en partie adsorbée à la surface des feuillettes de C-S-H. Cette eau est relativement stable, il est difficile de l'extraire par séchage.

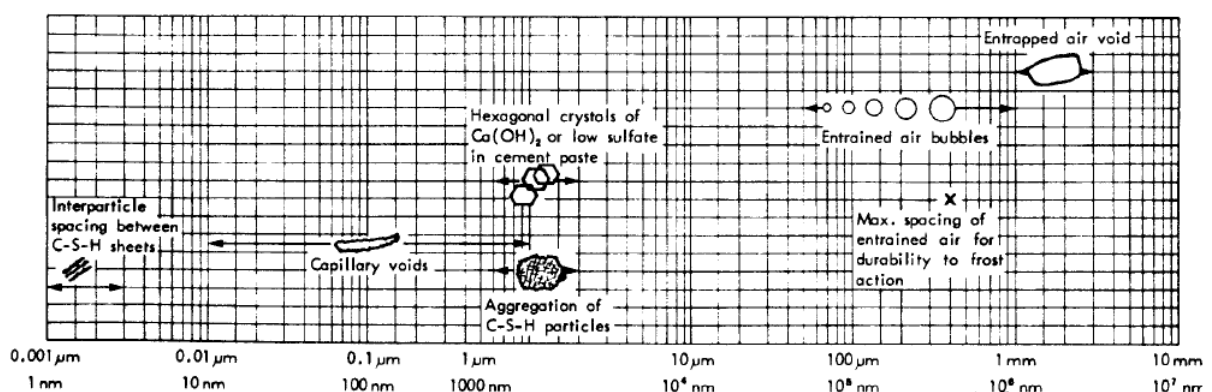


Figure I-5 Échelle de la taille des solides et des pores dans la pâte de ciment hydratée [MEH 86].

La distribution des tailles de pores dépend fortement du rapport de gâchage E/C, c'est à dire du rapport entre les masses d'eau et de ciment utilisées lors de la fabrication (ce rapport

détermine la distance moyenne intergrains au début du processus d'hydratation). Au final, le volume et la taille des capillaires sont donc d'autant plus faibles que le rapport E/C est petit. [GCI 714] (Figure I-6).

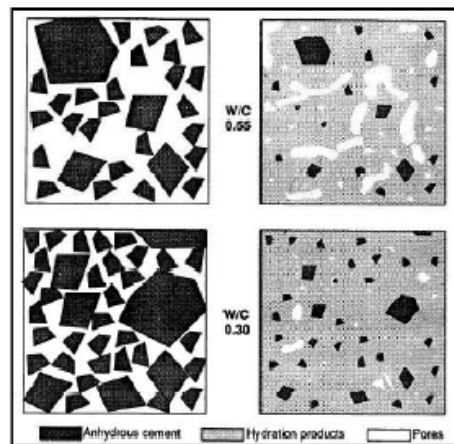


Figure I-6 Influence du rapport E/C sur la structure de la pâte de ciment à l'état frais et à l'état durci. [GCI 714].

I.2.2 Matériaux composites

Un matériau composite est un assemblage de deux ou plusieurs matériaux constitutifs. Il présente des performances généralement supérieures à celles des constituants individuels. Les polymères renforcés de fibres (PRF) forment un sous groupe des matériaux composites; ils sont constitués de fibres (les renforts), généralement à haute résistance, noyées dans une matrice polymère dont le rôle est d'assurer la protection des renforts et de transmettre les efforts entre les fibres (Figure I-7).

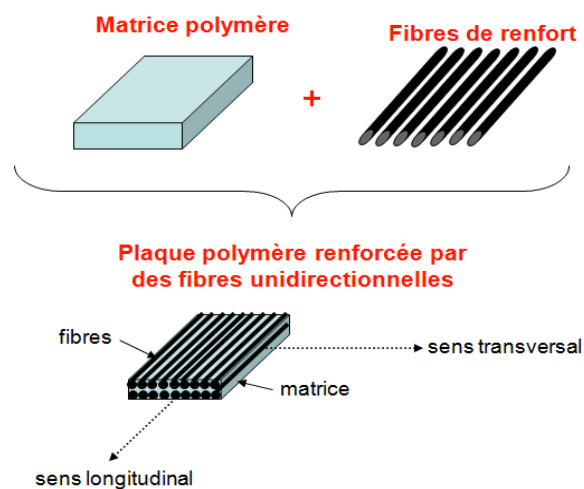


Figure I-7 Composition d'un PRF.

Plusieurs facteurs gouvernent les propriétés des PRF comme la fraction volumique (ou massique) des renforts, la répartition de ces renforts au sein de la matrice, et la nature des interactions à l'interface matrice-renfort.

i) Fibres de renfort

Les fibres supportent la majorité des contraintes mécaniques et assurent la résistance et la rigidité du composite. Elles travaillent essentiellement en traction et se trouvent sous forme de mèches, de tissus ou de mats. Les trois grandes familles de fibres utilisées dans les applications industrielles sont le carbone, le verre et l'aramide. Leurs propriétés respectives sont rapportées dans le Tableau I.3. Malgré un coût très élevé, les fibres de carbone restent les fibres les plus utilisées pour le renforcement structurel des ouvrages de génie civil, car elles présentent les performances mécaniques les plus intéressantes associées à une faible densité.

Tableau I.3 : Propriétés des différentes fibres [HAM 02].

<i>Type de fibre</i>	<i>Diamètre (µm)</i>	<i>Densité</i>	<i>Résistance en traction (MPa)</i>	<i>Module de traction (MPa)</i>	<i>Allongement à la rupture (%)</i>	<i>Température de fusion (°C)</i>
Verre E	3 à 30	2,54	3 400	73 000	4,5	850
Verre D	3 à 30	2,14	2 500	55 000	4,5	-
Verre R	3 à 30	2,48	4 400	86 000	5,2	990
Carbone HR	8	1,78	3 500	200 000	1	2 500
Carbone HM	8	1,8	2 200	400 000	0,5	2 500
Aramide HR	12	1,45	3 100	70 000	4	480
Aramide HM	12	1,45	3 100	130 000	2	480

ii) Matrice polymère

La matrice permet de lier les renforts entre eux, de les protéger de l'abrasion et de l'environnement, de répartir les contraintes et de les transmettre aux renforts par l'intermédiaire de l'interface. La transmission de l'effort est principalement assurée par les contraintes de cisaillement qui se développent dans la matrice entre les fibres (Figure I-8).

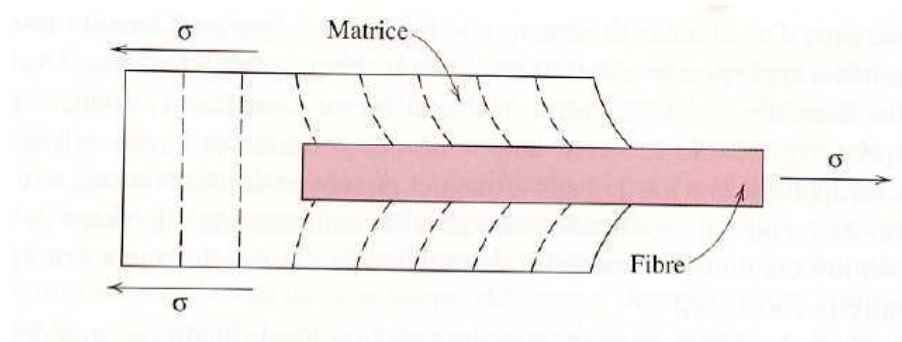


Figure I-8 Déformation de la matrice autour d'une fibre soumise à une contrainte de traction.

iii) Caractéristiques mécaniques élastique du composite

Plusieurs facteurs déterminent les propriétés des matériaux composites, comme la concentration du renfort (fraction volumique ou fraction massique), sa distribution dans le volume du composite pour une concentration donnée et la nature de l'interface matrice-renfort.

Les caractéristiques élastiques d'un composite unidirectionnel peuvent être estimées à partir des caractéristiques de ses constituants [GAY 97], selon les expressions suivantes:

- Le module élastique suivant le sens longitudinal des fibres :

$$E_x = E_m V_m + E_f V_f \quad (I.1)$$

- Le module élastique dans le sens transverse des fibres :

$$E_y = E_m \left[\frac{1}{(1 - V_f) + \frac{E_m}{E_{fy}} V_f} \right] \quad (I.2)$$

- Le module de cisaillement dans le plan (x, y) :

$$G_{xy} = G_m \left[\frac{1}{(1 - V_f) + \frac{G_m}{G_{fxy}} V_f} \right] \quad (I.3)$$

- Le coefficient de Poisson :

$$\gamma_{xy} = \nu_f V_f + \nu_m V_m \quad (I.4)$$

Avec :

- E_f , E_{fy} et G_{fxy} les modules d'Young de la fibre dans le sens longitudinal et dans le sens transversal, et le module de cisaillement, respectivement,
- E_m et G_m , les module d'Young et de cisaillement de la matrice, respectivement,
- V_m et V_f , les fractions volumiques de matrice et de fibres dans le composite,
- ν_m et ν_f , les coefficients de Poisson de la matrice et des fibres, respectivement.

Lors de l'application d'un effort de traction dans le sens des fibres, et sous l'hypothèse d'une déformation uniforme et identique dans la fibre et dans la matrice ($\epsilon_{Comp} = \epsilon_f = \epsilon_m$), l'amorçage de la rupture se produit par rupture des fibres ou de la matrice :

Cas ① - Déformation à la rupture des fibres plus faible que celle de la matrice ($\epsilon_{f,ult} < \epsilon_{m,ult}$), (Figure I-9).

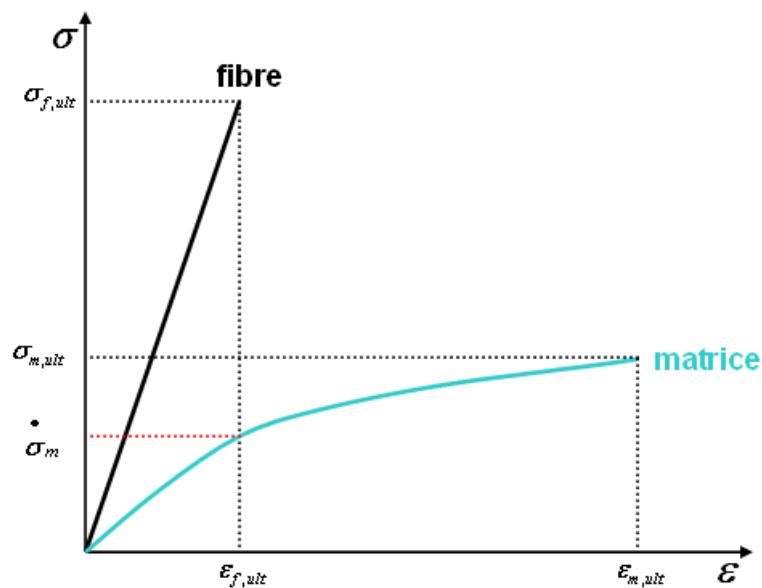


Figure I-9 Courbes de traction des constituants d'un PRF- cas d'une déformation à la rupture des fibres plus faible que celle de la matrice.

Sous les hypothèses évoquées, deux types de rupture peuvent avoir lieu : soit la rupture des fibres entraîne brutalement la rupture du composite (la matrice ne peut pas supporter seule la contrainte appliquée), soit la matrice continue à supporter seule l'effort jusqu'à ce que le niveau de contrainte dépasse sa résistance à la rupture ($\sigma_{m,ult}$). Dans le premier processus, la contrainte à la rupture du composite peut être exprimée par :

$$\sigma_{R,comp} = V_f \cdot \sigma_{f,ult} + V_m \cdot \dot{\sigma}_m = V_f \cdot \sigma_{f,ult} + (1 - V_f) \cdot \dot{\sigma}_m \quad (I.5)$$

Avec :

$\dot{\sigma}_m$, la contrainte de traction agissant sur la matrice au moment de la rupture des fibres de renfort.

En considérant un comportement élastique des fibres et de la matrice dans la zone de déformation allant jusqu'à la rupture ($0 - \epsilon_{R,Comp}$), il est possible d'établir les équations suivantes :

$$\dot{\sigma}_m = E_m \cdot \epsilon_{m,ult} = E_m \cdot \epsilon_{R,Comp} \quad (I.6)$$

$$\sigma_{f,ult} = E_f \cdot \epsilon_{f,ult} = E_f \cdot \epsilon_{R,Comp} \quad (I.7)$$

En substituant les équations (I.6) et (I.7) dans l'équation (I.5), la contrainte à la rupture du composite peut être exprimée de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \sigma_{R,comp} &= [V_f \cdot E_f + (1 - V_f) \cdot E_m] \cdot \epsilon_{R,comp} \\ &= [V_f \cdot E_f + (1 - V_f) \cdot E_m] \cdot \frac{\sigma_{f,ult}}{E_f} \\ &= [V_f \cdot E_f + (1 - V_f) \cdot E_m] \cdot \frac{\dot{\sigma}_m}{E_m} \end{aligned} \quad (I.8)$$

Or le composite doit présenter une résistance à la rupture plus importante que celle de la matrice ($\sigma_{R,comp} > \sigma_{m,ult}$), soit :

$$[V_f \cdot E_f + (1 - V_f) \cdot E_m] \cdot \frac{\sigma_{f,ult}}{E_f} > \sigma_{R,m} \quad (I.9)$$

D'où la notion de volume des fibres critique qui représente le taux de fibres au delà duquel les fibres contribuent au renforcement du composite :

$$V_{f,Critique} = \frac{E_m \sigma_{f,ult} - E_f \sigma_{m,ult}}{(E_m - E_f) \sigma_{f,ult}} \quad (I.10)$$

Dans le second processus, la contrainte à la rupture du composite peut être exprimée par :

$$\sigma_{R,comp} = V_m \cdot \sigma_{m,ult} = (1 - V_f) \cdot \sigma_{m,ult} \quad (I.11)$$

D'où la définition d'un volume de fibres minimal ($V_{f,min}$), pour lequel on obtient une rupture simultanée dans les fibres et dans la matrice. Ce volume est obtenu en égalisant les équations (I.8) et (I.11) :

$$V_{f,min} = \frac{E_m \sigma_{f,ult} - E_f \sigma_{m,ult}}{(E_m - E_f) \sigma_{f,ult} - E_f \sigma_{m,ult}} \quad (I.12)$$

Ainsi pour :

- $V_f > V_{f,min}$ la rupture des fibres entraîne automatiquement celle de la matrice et la contrainte à la rupture du composite est donnée par (I.8)
- $V_f < V_{f,min}$ la rupture des fibres intervient avant celle de la matrice et la contrainte à la rupture du composite est donnée par (I.11)

Cas ② - Déformation à la rupture des fibres plus grande que celle de la matrice ($\epsilon_{f,ult} > \epsilon_{m,ult}$), (Figure I-10).

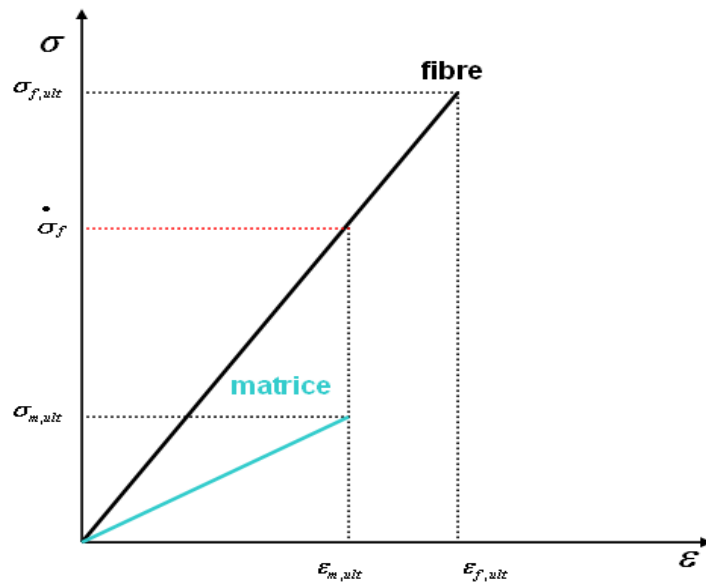


Figure I-10 Déformation en fonction de la contrainte des constituants d'un PRF – cas où la déformation à la rupture des fibres est plus grande que celle de la matrice.

Dans ce cas, la contrainte à la rupture du composite peut être exprimée par :

$$\sigma_{R,comp} = V_m \cdot \sigma_{m,ult} + V_f \cdot \dot{\sigma}_f = V_f \cdot \dot{\sigma}_f + (1 - V_f) \cdot \sigma_{m,ult} \quad (I.13)$$

En considérant un comportement élastique des fibres et de la matrice dans la zone de

déformation allant jusqu'à la rupture ($0 - \boldsymbol{\varepsilon}_{R,Comp}$), on établit les équations suivantes :

$$\boldsymbol{\sigma}_{m,ult} = \boldsymbol{E}_m \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_{m,ult} = \boldsymbol{E}_m \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_{R,Comp} \quad (\text{I.14})$$

$$\dot{\boldsymbol{\sigma}}_f = \boldsymbol{E}_f \cdot \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{m,ult} = \boldsymbol{E}_f \cdot \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{R,Comp} \quad (\text{I.15})$$

En tenant compte des équations (I.14) et (I.15) pour réécrire l'équation (I.13), la contrainte à la rupture du composite peut être exprimée de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\sigma}_{R,comp} &= [\boldsymbol{V}_f \cdot \boldsymbol{E}_f + (\mathbf{1} - \boldsymbol{V}_f) \cdot \boldsymbol{E}_m] \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_{R,comp} \\ &= [\boldsymbol{V}_f \cdot \boldsymbol{E}_f + (\mathbf{1} - \boldsymbol{V}_f) \cdot \boldsymbol{E}_m] \cdot \frac{\boldsymbol{\sigma}_{m,ult}}{\boldsymbol{E}_m} \\ &= [\boldsymbol{V}_f \cdot \boldsymbol{E}_f + (\mathbf{1} - \boldsymbol{V}_f) \cdot \boldsymbol{E}_m] \cdot \frac{\dot{\boldsymbol{\sigma}}_f}{\boldsymbol{E}_f} \end{aligned} \quad (\text{I.16})$$

Lorsque la rupture de la matrice survient, deux états peuvent s'établir :

- Les fibres de renforts sont capables de supporter sans rompre la contrainte appliquée, alors la contrainte à la rupture du composite peut être exprimée comme suit :

$$\boldsymbol{\sigma}_{R,Comp} = \boldsymbol{V}_f \cdot \boldsymbol{\sigma}_{f,ult} \quad (\text{I.17})$$

- La rupture de la matrice entraîne immédiatement celle des fibres

D'où la définition d'un volume de fibres limite ($\boldsymbol{V}_{f,lim}$), pour lequel on obtient une rupture simultanée dans les fibres et de la matrice. Ce volume se calcule en tenant compte des équations (I.16) et (I.17) :

$$\boldsymbol{V}_{f,lim} = \frac{\boldsymbol{\sigma}_{m,ult}}{\boldsymbol{\sigma}_{m,ult} + \boldsymbol{\sigma}_{f,ult} - \boldsymbol{\sigma}_{m,ult} \cdot \frac{\boldsymbol{E}_f}{\boldsymbol{E}_m}} \quad (\text{I.18})$$

Ainsi pour :

- $\boldsymbol{V}_f > \boldsymbol{V}_{f,lim}$ la rupture de la matrice intervient avant celle des fibres, qui conditionne la rupture du composite et la contrainte à la rupture du composite est donnée par (I.17).
- $\boldsymbol{V}_f < \boldsymbol{V}_{f,lim}$ la rupture de la matrice entraîne automatiquement la rupture des fibres et la contrainte à la rupture du composite est donnée par (I.16).

I.2.3 Adhésifs structuraux

Lorsqu'une structure en béton est renforcée par collage de PRF, l'adhésif assure le transfert de contraintes entre le support béton et le renfort composite. Le choix de l'adhésif a des répercussions sur le comportement global de la structure renforcée et sur sa durabilité. Selon Couvrat [COU 92] un adhésif est dit structural s'il possède une résistance en cisaillement supérieur ou égale à 7MPa. Selon le même raisonnement, Bretton et Villoutreix [BRE 05], proposent une valeur seuil définie à partir d'une résistance en traction de l'adhésif de 10-12MPa.

i) Formulations industrielles spécifiques au génie civil

Les adhésifs époxydiques destinés au génie civil sont des systèmes bi-composants, constitués d'une base époxy (prépolymère comportant des fonctions réactives oxyranes) et d'un durcisseur qui est le plus souvent constitué d'un mélange d'amines aliphatiques ou cycliques ou de polyamides. Les groupements fonctionnels de la résine et du durcisseur sont capables de réagir par polycondensation à température ambiante pour former un réseau polymère réticulé. La Figure I-11 illustre la réaction entre le diglycidyléther de bisphénol A ou DGEBA (qui est une des bases époxydes les plus couramment utilisée) et une diamine aliphatique.

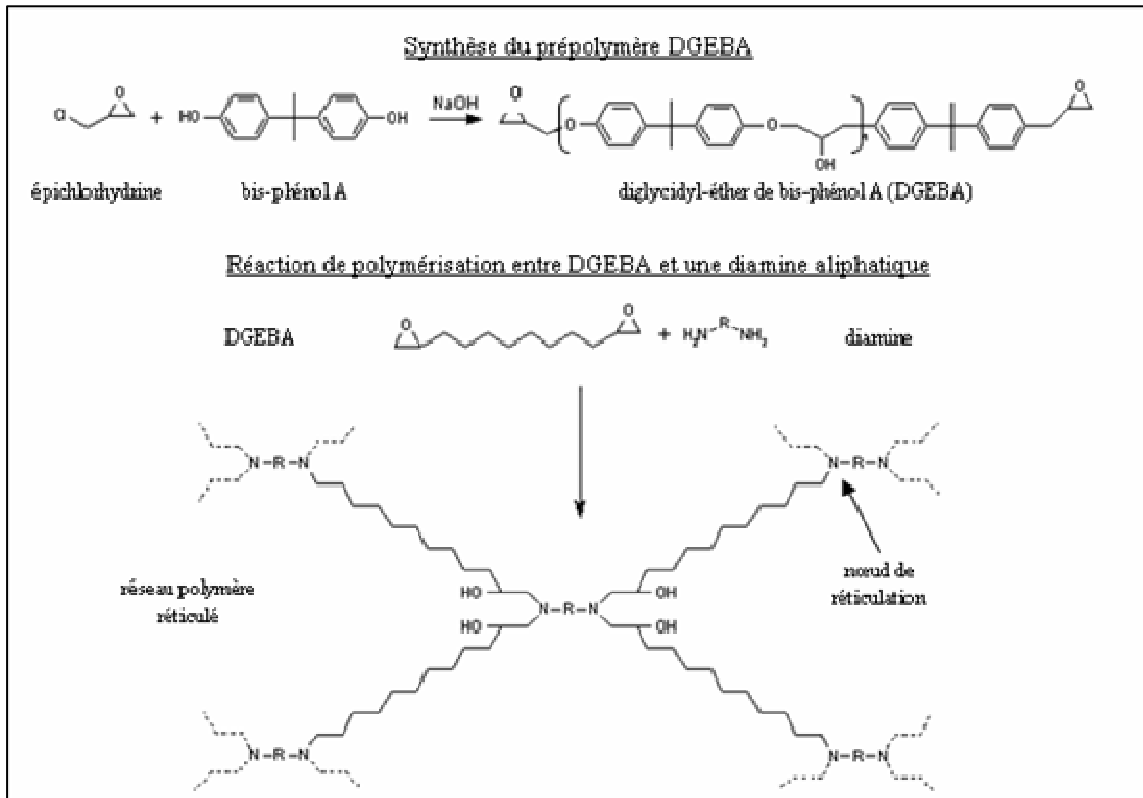


Figure I-11 Réaction de polymérisation entre une base DGEBA et une diamine.

Les formulations industrielles contiennent également *des additifs* (charges minérales, plastifiants, catalyseurs), permettant d'ajuster les propriétés du mélange liquide ou du matériau final en fonction des contraintes de mise en œuvre sur chantier ou des conditions de service. Les contraintes les plus importantes sont :

- la viscosité initiale du mélange, qui doit être adaptée à l'application envisagée (Figure I-12). Pour le collage de plats pultrudés en matériaux composites, il est par exemple recommandé d'utiliser un adhésif de consistance pâteuse et présentant un comportement thixotrope, afin de faciliter la mise en place des renforts,
- la durée pratique d'utilisation ou D.P.U. (durée pendant laquelle le mélange reste assez fluide et peut être manipulé), qui doit être suffisante pour permettre la finalisation des travaux. Typiquement, des durées de 1h 30 à 2 heures sont requises,
- la réactivité du système, qui doit être adaptée aux conditions de chantier (température extérieure et degré d'hygrométrie) de manière à garantir une bonne polymérisation de l'adhésif. Néanmoins, il est difficile d'obtenir une polymérisation complète de ces systèmes aux conditions ambiantes, et des évolutions lentes de la densité de réticulation peuvent encore être observées des mois voire des années après la mise en œuvre.

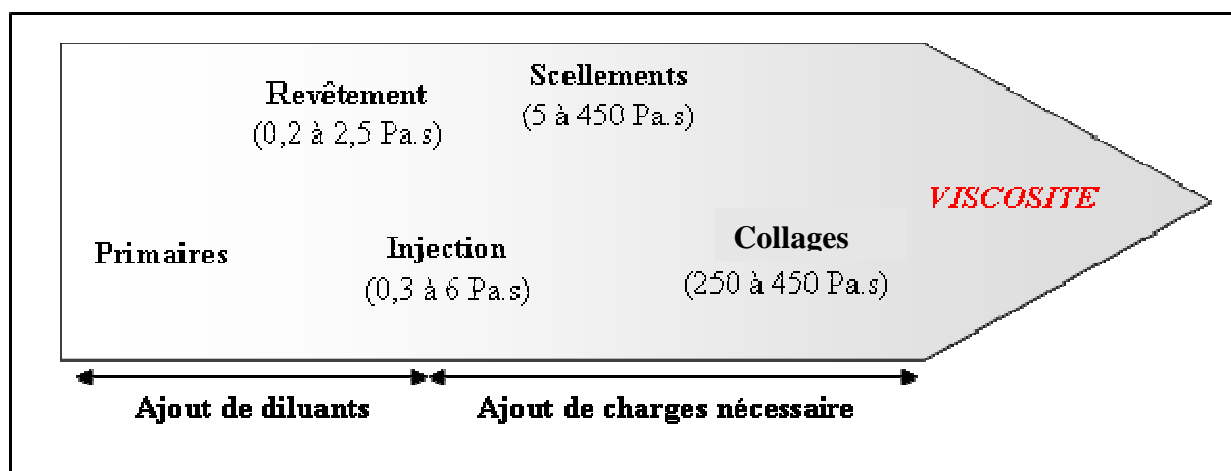


Figure I-12 Ordres de grandeur des viscosités requises pour les applications de génie civil.

ii) Formation du réseau polymère et température de transition vitreuse (T_g).

Lors de la formation du réseau polymère, deux changements de phase peuvent se produire : la *gélification* et la *vitriification* :

- la *gélification* traduit l'évolution du milieu réactionnel de l'état liquide à l'état caoutchoutique. Par définition, elle correspond à la formation d'une molécule tridimensionnelle de dimension infinie. Deux phases coexistent alors dans le milieu : une phase soluble (fraction sol) constituée des monomères n'ayant pas encore réagi et une phase insoluble (fraction gel).
- la *vitriification* correspond au passage du polymère de l'état caoutchoutique à l'état vitreux et résulte de l'augmentation de la densité de réticulation après *gélification*. Elle apparaît quand la température de transition vitreuse du gel en croissance devient égale à la température de cuisson, et traduit la diminution de mobilité moléculaire liée à l'augmentation de la masse molaire, jusqu'au point où les mouvements de chaînes ne sont plus possibles. Les réactions sont alors contrôlées par les mécanismes de diffusion et leurs cinétiques sont considérablement ralenties [LUN 78].

Le phénomène de transition vitreuse caractérise la frontière entre deux états fondamentaux du matériau :

- l'état vitreux, aux basses températures, où le matériau est dur et cassant,
- l'état caoutchoutique, à hautes températures, où le polymère est souple et extensible.

La transition vitreuse correspond à une absorption d'énergie qui permet de passer d'une mobilité moléculaire locale de faible amplitude à une mobilité à grande distance des chaînes. Les relations entre la structure chimique et la température de transition vitreuse (*T_g*) ont été abordées au moyen d'approches cinétiques, la plus connue étant la théorie WLF (WILLIAMS, LANDEL et FERRY) ou théorie du volume libre [WIL 55].

iii) Propriétés mécaniques et comportement viscoélastique des adhésifs

Les propriétés mécaniques des adhésifs époxydes peuvent être assez variables en fonction de leur formulation. Le Tableau I.4 regroupe quelques valeurs moyennes de ces caractéristiques pour les systèmes du génie civil [MAY 92, ATO 99].

Tableau I.4: Caractéristiques mécaniques moyennes des résines époxydes.

<i>Propriétés</i>	<i>Valeurs moyennes</i>
Résistance à la traction	20 à 90 MPa
Allongement à rupture en traction	1 à 3 %
Module d'élasticité en traction	3 à 10 GPa en fonction du taux de charges
Résistance à la compression	140 à 150 MPa

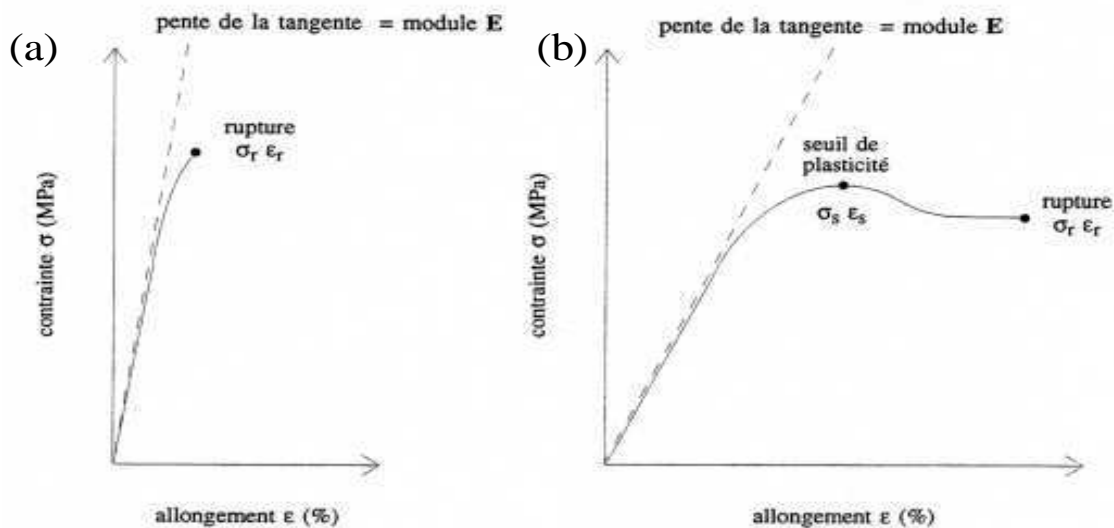


Figure I-13 Exemples de courbes contrainte/déformation en traction uniaxiale (a) pour un adhésif au comportement fragile, (b) pour un matériau ductile présentant un seuil de plasticité.

Lorsque les réseaux époxydes sont caractérisés en traction uniaxiale à température ambiante, leur comportement est généralement fragile et l'on n'observe pas de seuil de plasticité (Figure I-13 (a)). Seules certaines résines modifiées par adjonction d'élastomères ou de plastifiants présentent un comportement ductile et un seuil de plasticité (Figure I-13 (b)) [BAR 98]. Ce n'est généralement pas le cas des systèmes utilisés en génie civil.

Il est important de noter que la résistance en traction des résines époxydes est nettement supérieure à celle des matériaux cimentaires.

I.3. Caractérisation mécanique des assemblages collés

I.3.1 Généralités

Le comportement mécanique des joints collés a fait l'objet de nombreuses investigations expérimentales et théoriques. Plusieurs facteurs affectent l'adhérence et la durabilité des assemblages collés, en particulier la nature de l'adhésif utilisé, le traitement de surface des adhérents, ainsi que la qualité de la mise en œuvre. Les joints peuvent être soumis à plusieurs types de sollicitations mécaniques : la Figure I-14 décrit les quatre principaux types de sollicitations que subit un assemblage collé en service.

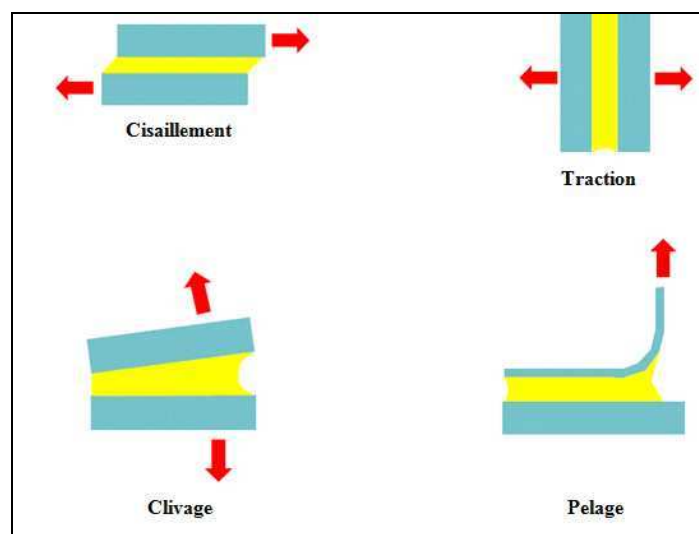


Figure I-14 Principaux types de sollicitation d'un joint collé.

La nature et la repartition des contraintes mécaniques dans un joint collé dépendent du mode de sollicitation et de la nature des adhérents :

- une sollicitation de traction génère des contraintes normales au plan du joint collé, tandis qu'une sollicitation de cisaillement génère des contraintes tangentielles au plan du joint,
- des contraintes de clivage apparaissent lorsque les deux adhérents sont rigides alors que des contraintes de pelage sont générées lorsque l'un des adhérents est souple.

Pour réaliser des joints collés performants et durables, il est préférable de les concevoir de telle sorte qu'ils fonctionnent principalement en traction ou en cisaillement. Ceci permet de répartir les charges appliquées sur une partie importante de la surface collée et d'éviter toute localisation des contraintes liée à d'éventuels efforts de pelage ou de clivage. Par ailleurs, lors d'études expérimentales visant à caractériser les performances des joints, il est préférable de

choisir des configurations d'essais représentatives des conditions de service effectives des assemblages collés considérés.

I.3.2 Cas des joints collés béton/composites

Dans le cas spécifique des assemblages collés béton/composites, les contraintes de traction qui affectent le béton se transmettent vers les renforts composites à travers la couche adhésive qui est majoritairement sollicitée en cisaillement. Ainsi les configurations expérimentales conçues pour étudier ce genre d'assemblages doivent privilégier ce mode de sollicitation. La Figure I-15 montre les trois configurations expérimentales les plus fréquemment utilisées dans l'étude des assemblages béton/composite : l'essai de cisaillement à double recouvrement (a), l'essai de cisaillement à simple recouvrement (b) et l'essai de flexion (c). Ces essais consistent à appliquer un effort de traction sur le renfort composite, cet effort se transmettant ensuite au béton par cisaillement de la couche adhésive. Une revue exhaustive des différents essais de caractérisation sur joints collés béton/composites à été réalisée par Yao *et al* [YAO 05].

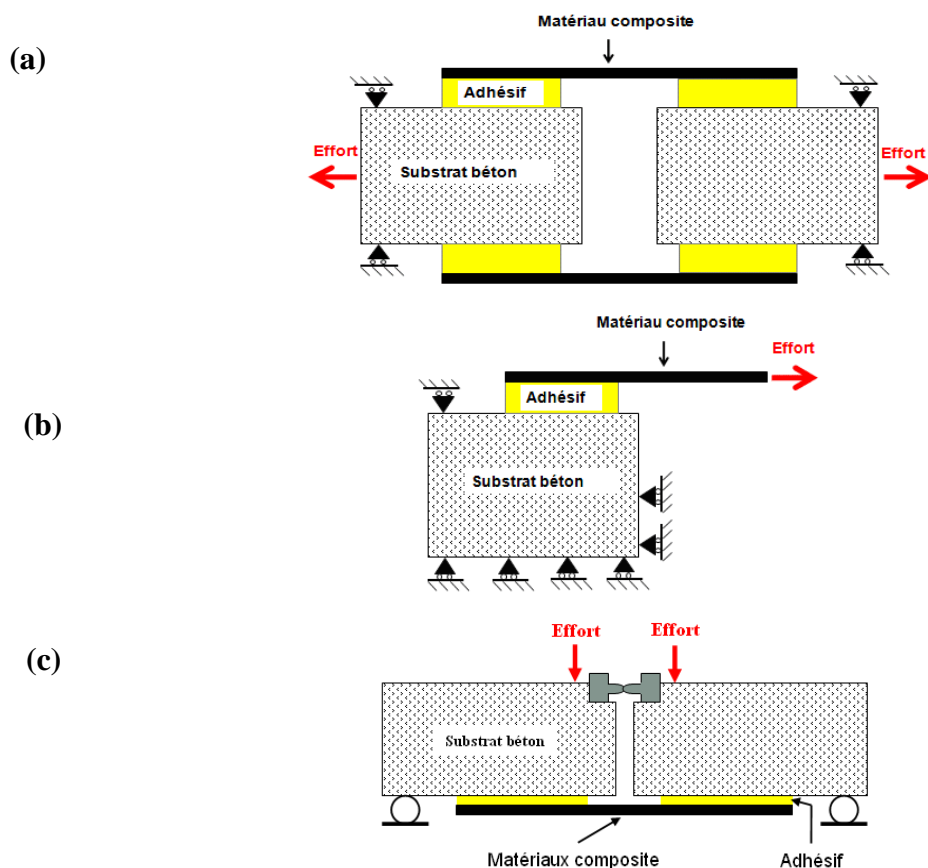


Figure I-15 Exemples de dispositifs expérimentaux destinés à la caractérisation des joints collés béton/composites – essai à double recouvrement (a), à simple recouvrement (b) ou en flexion (c)

Dans le cas de l'essai de cisaillement à double recouvrement (Figure I-15 (a)), le corps d'épreuve est constitué de deux blocs supports en béton liés l'un à l'autre par deux renforts composites collés sur les facettes supérieure et inférieure de l'assemblage. Dans cette configuration, l'effort de traction est appliqué directement sur les supports en béton, puis est transmis aux interfaces collées.

L'essai de cisaillement à simple recouvrement (Figure I-15 (b)), consiste à appliquer un effort de traction sur l'extrémité libre du renfort composite collé. Cet effort doit être dirigé parallèlement au plan du joint collé. Lors de l'essai, le support béton doit être maintenu en place par un système de fixation qui bloque tout déplacement d'ensemble ou rotation.

Du fait de sa facilité de mise en œuvre, l'essai de cisaillement à simple recouvrement est le plus fréquemment cité dans la littérature traitant de la caractérisation en cisaillement des joints collés béton/composite. Néanmoins, cette configuration n'est pas symétrique et entraîne une excentricité des efforts lors de la mise en charge. Cela se traduit par l'apparition d'un moment de flexion induisant des contraintes normales de clivage, pouvant notamment affecter le mode de rupture de l'assemblage (une rupture cohésive de l'adhésif peut être observée en cas de contrainte de clivage élevée).

La configuration de cisaillement à double recouvrement permet quant à elle de réduire considérablement les moments de flexion en raison de la symétrie des corps d'épreuves. Cet essai a également été utilisé dans de nombreuses études visant à caractériser le comportement instantané ([FER 10], [KLA 05], [LEO 09]) ou à long terme des interfaces collées béton/composite ([CRO 11], [MES 09], [FER 11], [MEA 11]).

La Figure I-16 présente les différents modes de ruptures qui peuvent affecter un assemblage collé béton/composite :

- la rupture peut subvenir dans l'un des deux substrats ou dans l'adhésif. On parle alors de *rupture cohésive*,
- la rupture peut intervenir à l'interface et on parle alors de *rupture adhésive ou interfaciale*.
- la rupture peut également être *mixte* si elle est cohésive par endroit et adhésive à d'autres.

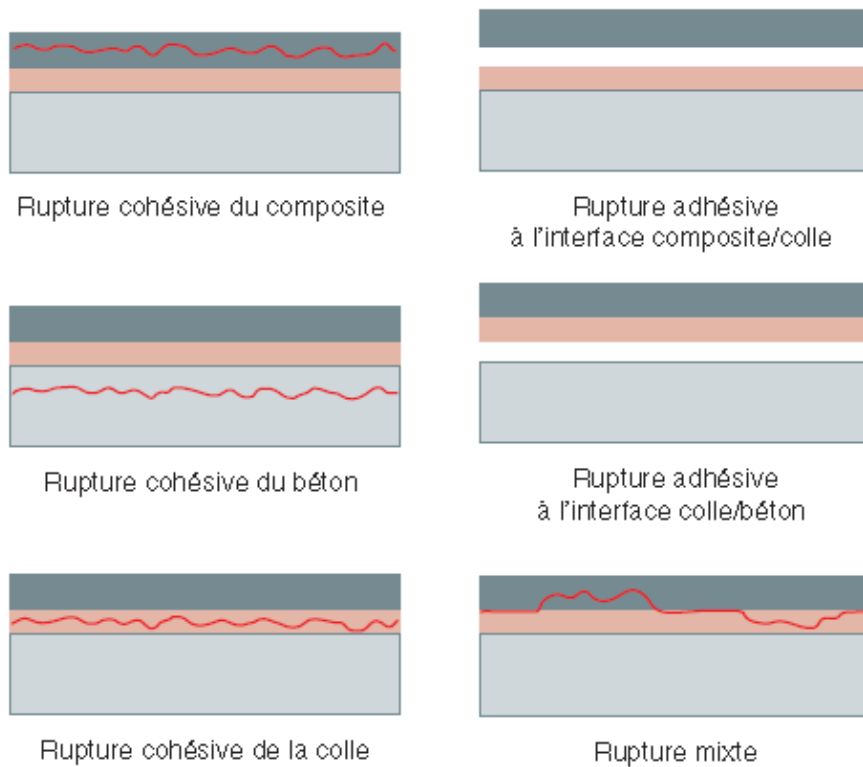


Figure I-16 Différents modes de rupture des assemblages collés (d'après [CHA 10]).

I.3.3 Analyse du comportement élastique linéaire des joints collés

i) Hypothèse de répartition uniforme des contraintes de cisaillement

L'analyse élastique linéaire la plus simple considère que la couche colle est sollicitée par une contrainte de cisaillement uniforme, selon les deux hypothèses suivantes :

- les adhérents sont considérés infiniment rigides et ne sont pas susceptibles de se déformer,
- la couche colle ne se déforme qu'en cisaillement.

Suivant cette théorie la contrainte de cisaillement (τ) est constante le long du joint de colle (Figure I-17) et peut être exprimée de la manière suivante :

$$\tau = \frac{F}{bl} \tag{I.19}$$

Où F , b et l sont respectivement la force de traction appliquée, la largeur et la longueur du joint de colle.

Cette analyse très simpliste n'est utilisée que lors de calculs de pré-dimensionnement et doit toujours, lors de l'avancée de l'étude être complétée par une analyse plus fine. Ainsi, d'autres modèles analytiques plus sophistiqués ont été développés afin de décrire la répartition des contraintes le long du joint de colle ([VOL 38], [DEB 44], [GOL 44], [DEM 55], [TSA 98]).

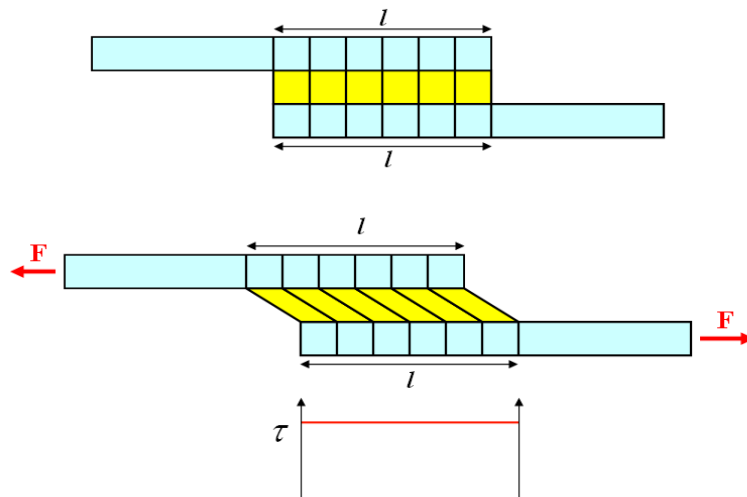


Figure I-17 Hypothèse de répartition uniforme de la contrainte de cisaillement le long du joint.

ii) Analyse de Völkersen

L'analyse de Völkersen [VOL 38] est souvent considérée comme la plus ancienne théorie réaliste relative à l'état de contraintes dans les joints à recouvrement ; elle rend compte du phénomène de « cisaillement différé ». Elle repose tout d'abord sur l'hypothèse d'une déformation longitudinale des adhérents uniforme à travers leur épaisseur (les contraintes axiales sont uniformes). Ensuite, elle suppose que la couche de colle qui effectue le transfert des contraintes longitudinales entre les adhérents est uniquement sollicitée en cisaillement (Figure I-18). L'épaisseur du joint de colle est suffisamment faible pour que la contrainte de cisaillement soit considérée constante dans l'épaisseur. En négligeant les moments de flexion dus à l'excentricité des efforts, Völkersen démontre que la répartition des contraintes de cisaillement le long du joint n'est pas uniforme en raison de l'élasticité des adhérents. Par contre des concentrations de contrainte de cisaillement sont présentes aux extrémités du joint (ou à une seule extrémité selon le mode de sollicitation et la longueur collée).

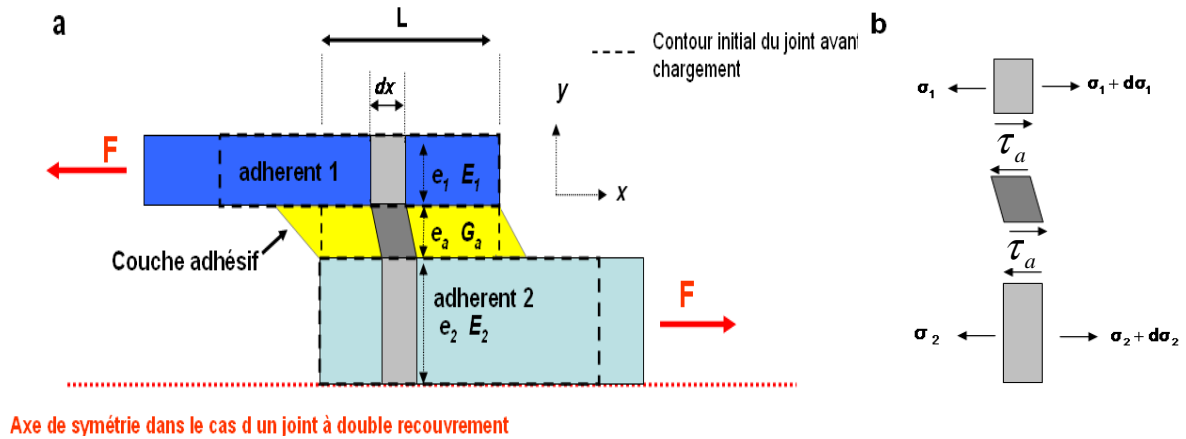


Figure I-18 Joint à simple recouvrement analysé par la théorie de Völkersen : détail de la géométrie (a) et répartition des contraintes dans un élément infinitésimal du joint (b).

La Figure I-18 (b) présente le transfert des contraintes entre les adhérents d'un élément infinitésimal du joint collé analysé suivant la théorie de Völkersen. Les équations d'équilibre des contraintes longitudinales qui agissent sur chacun des adhérents peuvent être exprimées par les formules suivantes :

$$\tau_a \cdot dx + d\sigma_1 \cdot e_1 = 0 \quad (I.20)$$

$$\tau_a \cdot dx - d\sigma_2 \cdot e_2 = 0 \quad (I.21)$$

Avec τ_a la contrainte de cisaillement uniforme agissant le long de l'épaisseur de l'élément infinitésimal adhésif et à l'interface entre l'adhésif et chacun des deux adhérents. En combinant les équations (I.20) et (I.21), cette contrainte de cisaillement peut être exprimée par :

$$\tau_a = -e_1 \cdot \frac{d\sigma_1}{dx} = e_2 \cdot \frac{d\sigma_2}{dx} \quad (I.22)$$

En raison de leur élasticité, les adhérents se déforment longitudinalement et le déplacement relatif entre les deux adhérents induit une déformation de cisaillement de la couche adhésive. Le glissement du au cisaillement de la couche adhésive est alors exprimé par la relation suivante :

$$S_a = u_2 - u_1 \quad (I.23)$$

où u_1 et u_2 représentent respectivement les allongements élastiques dans chacun des deux adhérents.

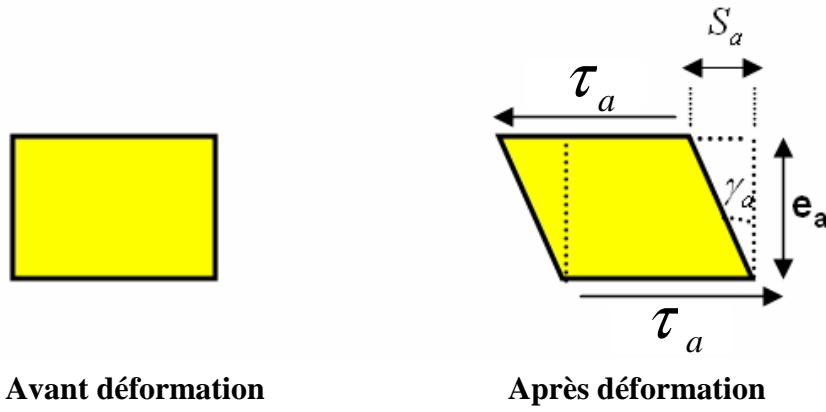


Figure I-19 Cisaillement pur d'une partie infinitésimale de la couche adhésive.

Dans le domaine élastique linéaire le glissement de l'adhésif S_a peut être exprimé par la relation suivante (Figure I-19):

$$S_a = \frac{\tau_a \cdot e_a}{G_a} \quad (\text{I.24})$$

Avec:

- τ_a , la contrainte de cisaillement agissant sur la partie infinitésimale étudiée de la couche adhésive,
- e_a et G_a , l'épaisseur et le module de cisaillement de la couche adhésive, respectivement.

En substituant S_a dans l'équation (I.23) par l'expression obtenue dans l'équation (I.24) on peut exprimer la contrainte de cisaillement comme suit :

$$\tau_a = \frac{G_a}{e_a} (u_2 - u_1) \quad (\text{I.25})$$

En dérivant l'équation (I.25), on obtient :

$$\frac{d\tau_a}{dx} - \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{du_2}{dx} - \frac{du_1}{dx} \right) = 0 \quad (\text{I.26})$$

Or :

- $\frac{du_1}{dx} = \frac{\sigma_1}{E_1}$ représente la déformation élastique longitudinale de l'adhérent 1 (I.27)

- $\frac{du_2}{dx} = \frac{\sigma_2}{E_2}$ représente la déformation élastique longitudinale de l'adhérent 2 (I.28)

Ainsi l'équation (I.26) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{d\tau_a}{dx} - \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{\sigma_2}{E_2} - \frac{\sigma_1}{E_1} \right) = 0 \quad (I.29)$$

En dérivant l'équation (I.29), s'établit l'équation différentielle du second ordre suivante :

$$\begin{aligned} \frac{d^2\tau_a}{dx^2} - \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{1}{E_2} \cdot \frac{d\sigma_2}{dx} - \frac{1}{E_1} \cdot \frac{d\sigma_1}{dx} \right) \\ = \frac{d^2\tau_a}{dx^2} - \frac{G_a}{e_a} \cdot \left(\frac{1}{E_1 \cdot e_1} + \frac{1}{E_2 \cdot e_2} \right) \cdot \tau_a = 0 \end{aligned} \quad (I.30)$$

Cette équation différentielle peut s'écrire sous la forme:

$$\frac{d^2\tau_a}{dx^2} - \lambda^2 \cdot \tau_a = 0 \quad (I.31)$$

Avec :

$$\lambda^2 = \frac{G_a}{e_a} \cdot \left(\frac{1}{E_1 \cdot e_1} + \frac{1}{E_2 \cdot e_2} \right) \quad (I.32)$$

La solution d'une telle équation est alors de la forme :

$$\tau_a = A \cdot \text{Sinh}(\lambda x) + B \cdot \text{Cosh}(\lambda x) \quad (I.33)$$

A et B étant des coefficients constants déterminés à partir des conditions aux limites choisies (Tableau I.5).

Tableau I.5 : Détermination des coefficients A et B à partir des conditions aux limites du système étudié.

Configuration du joint	Conditions aux limites	A	B
<p>a)</p>	<ul style="list-style-type: none"> • $X = 0$ $\sigma_1 = \frac{F}{e_1 \cdot b_1}$ $\sigma_2 = 0$ • $X = L$ $\sigma_2 = \frac{F}{e_2 \cdot b_2}$ $\sigma_1 = 0$ 	$\frac{-G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1}$	$\frac{G_a F}{\lambda \sinh(\lambda L) e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{E_1 e_1 b_1}{E_2 e_2 b_2} + \cosh(\lambda L) \right)$
<p>b)</p>	<ul style="list-style-type: none"> • $X = 0$ $\sigma_1 = \frac{F}{e_1 \cdot b_1}$ $\sigma_2 = \frac{F}{e_2 \cdot b_2}$ • $X = L$ $\sigma_1 = 0$ $\sigma_2 = 0$ 	$\frac{G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{E_1 e_1 b_1}{E_2 e_2 b_2} - 1 \right)$	$\frac{-G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{E_1 e_1 b_1}{E_2 e_2 b_2} - 1 \right) \cdot \frac{\cosh(\lambda L)}{\sinh(\lambda L)}$

Dans le cas particulier des joints collés béton/composite, l'inéquation

$$\frac{1}{E_2 e_2} \lll \frac{1}{E_1 e_1}$$

est systématiquement vérifiée. Ainsi la répartition des contraintes de cisaillement devient identique pour les deux types de configurations choisies (a et b) et cette répartition se traduit par l'équation suivante :

$$\tau_a(x) = \frac{G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{\cosh(\lambda x)}{\tanh(\lambda L)} - \sinh(\lambda x) \right) \quad (I.34)$$

Avec :

$$\lambda^2 = \frac{G_a}{e_a} \cdot \left(\frac{1}{E_1 \cdot e_1} \right)$$

La théorie de Völkersen néglige les moments de flexion dus à l'excentricité de l'application de l'effort dans le joint collé, ce qui la rend à priori plus adaptée à décrire le comportement des joints à double recouvrement que celui des joints à simple recouvrement. Une adaptation de la théorie pour les joints à double recouvrement a donc été proposée par De Bruyne [DEB 44], et a pris le nom de modèle de Völkersen/De Bruyne (Figure I-20).

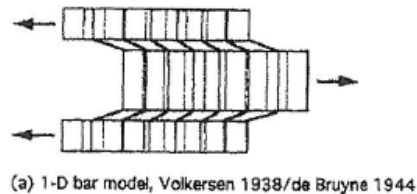


Figure I-20 Modèle de cisaillement de Völkersen 1938/ De Bruyne 1944 [TSA 98].

iii) Analyse de T.O.M. [TSA 98] (Völkersen modifié)

Durant le transfert de charge au sein de l'assemblage collé, la couche de colle supporte d'importantes contraintes de cisaillement. Ces contraintes sont également présentes sur les surfaces des adhérents adjacents à la couche adhésive (car il y a équilibre des forces à l'interface), ce qui provoque la déformation par cisaillement des adhérents. Il convient donc de prendre en compte la déformation en cisaillement linéaire des deux adhérents. Cet ajustement est particulièrement justifié dans le cas de matériaux anisotropes à faible module de cisaillement comme les matériaux composites. La théorie de T.O.M enrichit donc les modèles de Völkersen et de Völkersen/De Bruyne en ajoutant dans l'analyse la déformation de cisaillement des adhérents.

a) Cas d'un joint à double recouvrement (où à simple recouvrement sans prise en compte de l'arrachement lié à l'excentricité des efforts)

La Figure I-21 décrit le transfert des contraintes entre les adhérents d'un élément infinitésimal du joint collé analysé suivant la théorie de T.O.M. [TSA 98].

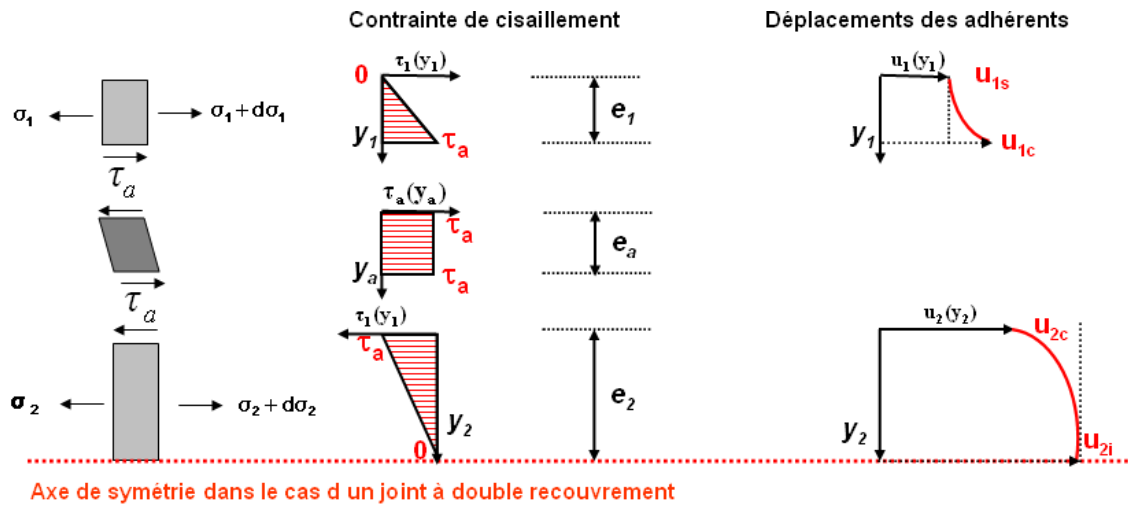


Figure I-21 Répartition des contraintes dans un élément infinitésimal du joint, selon la théorie de T.O.M.

En se référant à la Figure I-21, les équations d'équilibre des contraintes longitudinales qui agissent sur chacun des adhérents peuvent être exprimées par les formules suivantes :

$$\tau_a \cdot dx + d\sigma_1 \cdot e_1 = 0 \quad (\text{I.35})$$

$$\tau_a \cdot dx - d\sigma_2 \cdot e_2 = 0 \quad (\text{I.36})$$

Or, dans cette analyse les auteurs ont supposé que les adhérents se déforment en cisaillement linéaire. Ainsi les contraintes de cisaillement qui sollicitent respectivement l'adhérents 1 et l'adhérent 2 peuvent être exprimées par :

$$\tau_1 = \frac{\tau_a}{e_1} y_1 \quad (\text{I.37})$$

$$\tau_2 = \tau_a \left(1 - \frac{y_2}{e_2} \right) \quad (\text{I.38})$$

Les déformations de cisaillement γ_1 et γ_2 relatives aux adhérents 1 et 2 peuvent alors être facilement obtenues :

$$\gamma_1 = \frac{\tau_a}{G_1 e_1} y_1 \quad (\text{I.39})$$

$$\gamma_2 = \frac{\tau_a}{G_2} \left(1 - \frac{y_2}{e_2} \right) \quad (\text{I.40})$$

où (y_1) et (y_2) sont les axes locaux correspondant respectivement aux adhérents 1 et 2.

Les déplacements longitudinaux dans les adhérents 1 et 2 peuvent alors être exprimés comme suit :

$$u_1(y_1) = u_{1s} + \int_0^{y_1} \gamma_1(y) dy = u_{1s} + \frac{\tau_a}{2G_1 e_1} y_1^2 \quad (\text{I.41})$$

$$u_2(y_2) = u_{2a} + \int_0^{y_2} \gamma_2(y) dy = u_{2a} + \frac{\tau_a}{G_2} \left(y_2 - \frac{y_2^2}{2e_2} \right) \quad (\text{I.42})$$

Soient u_{a1} et u_{a2} les déplacements de la couche adhésive aux interfaces avec les adhérents 1 et 2, respectivement. La continuité des déplacements dans le joint (hypothèse d'adhérence parfaite), implique une égalité entre u_{a1} et u_{1a} (déplacement de l'adhérent 1 à l'interface avec l'adhésif) d'une part, et entre u_{a2} et u_{2a} (déplacement de l'adhérent 2 à l'interface avec l'adhésif) d'autre part. Ainsi u_{a1} et u_{a2} peuvent être exprimés suivant :

$$u_{a1} = u_1(e_1) = u_{1s} + \frac{\tau_a e_1}{2G_1} \quad (\text{I.43})$$

$$u_{a2} = u_2(0) = u_{2a} \quad (\text{I.44})$$

En utilisant les équations (I.43) et (I.44), les équations (I.41) et (I.42) peuvent être reformulées de la façon suivante :

$$u_1(y_1) = u_{a1} + \frac{\tau_a}{2G_1 e_1} y_1^2 - \frac{\tau_a e_1}{2G_1} \quad (\text{I.45})$$

$$u_2(y_2) = u_{a2} + \frac{\tau_a}{G_2} \left(y_2 - \frac{y_2^2}{2e_2} \right) \quad (\text{I.46})$$

Les efforts de tractions longitudinaux dans les deux adhérents (T_1 et T_2) de l'élément infinitésimal étudié peuvent être exprimés en fonction du déplacement :

$$\begin{aligned} T_1 &= \sigma_1 \cdot e_1 = \int_0^{e_1} \sigma_1(y_1) dy_1 = E_1 \int_0^{e_1} \frac{du_1}{dx} dy_1 \\ &= E_1 e_1 \left(\frac{du_{a1}}{dx} - \frac{e_1}{3G_1} \cdot \frac{d\tau_a}{dx} \right) \end{aligned} \quad (\text{I.47})$$

$$\begin{aligned} T_2 &= \sigma_2 \cdot e_2 = \int_0^{e_2} \sigma_2(y_2) dy_2 = E_2 \int_0^{e_2} \frac{du_2}{dx} dy_2 \\ &= E_2 e_2 \left(\frac{du_{a2}}{dx} + \frac{e_2}{3G_2} \cdot \frac{d\tau_a}{dx} \right) \end{aligned} \quad (\text{I.48})$$

Avec σ_1 et σ_2 , les contraintes de traction longitudinale moyennes agissant respectivement sur l'adhérent 1 et l'adhérent 2.

La contrainte de cisaillement supposée uniforme dans la couche de colle peut alors être exprimée comme suit :

$$\tau_a = G_a \gamma_a = \frac{G_a}{e_a} (u_{a1} - u_{a2}) \quad (\text{I.49})$$

Avec:

- τ_a , la contrainte de cisaillement agissant sur la partie infinitésimale étudiée de la couche adhésive,
- e_a et G_a l'épaisseur et le module de cisaillement de la couche adhésive.

En dérivant l'équation (I.49), on établit l'équation suivante :

$$\frac{d\tau_a}{dx} - \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{du_{a2}}{dx} - \frac{du_{a1}}{dx} \right) = 0 \quad (\text{I.50})$$

En tenant compte des équations (I.47, I.48), l'équation (I.50) devient alors :

$$\frac{d\tau_a}{dx} - \frac{G_a}{e_a} \left[\frac{\sigma_2}{E_2} - \frac{\sigma_1}{E_1} - \left(\frac{e_2}{3G_2} + \frac{e_1}{3G_1} \right) \frac{d\tau_a}{dx} \right] = 0 \quad (\text{I.51})$$

En dérivant l'équation (I.51), on établit l'équation différentielle du second ordre suivant :

$$\frac{d^2\tau_a}{dx^2} - \frac{G_a}{e_a} \left[\frac{1}{E_2} \frac{d\sigma_2}{dx} - \frac{1}{E_1} \frac{d\sigma_1}{dx} - \left(\frac{e_2}{3G_2} + \frac{e_1}{3G_1} \right) \frac{d^2\tau_a}{dx^2} \right] = 0 \quad (\text{I.52})$$

En tenant compte des équations (I.35) et (I.36), l'équation (I.52) devient :

$$\left[1 + \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{e_1}{3G_1} + \frac{e_2}{3G_2} \right) \right] \frac{d^2\tau_a}{dx^2} - \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{1}{E_1 e_1} + \frac{1}{E_2 e_2} \right) \tau_a = 0 \quad (\text{I.53})$$

Cette équation différentielle peut être formulé suivant :

$$\frac{d^2\tau_a}{dx^2} - \beta^2 \cdot \tau_a = 0 \quad (\text{I.54})$$

Avec

$$\beta^2 = \frac{\frac{G_a}{e_a} \left(\frac{1}{E_1 e_1} + \frac{1}{E_2 e_2} \right)}{\left[1 + \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{e_1}{3G_1} + \frac{e_2}{3G_2} \right) \right]} \quad (\text{I.55})$$

Le paramètre β peut être défini comme le produit de deux paramètres (α et λ) avec :

$$\bullet \quad \alpha^2 = \left[1 + \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{e_1}{3G_1} + \frac{e_2}{3G_2} \right) \right]^{-1} \quad (I.56)$$

$$\bullet \quad \lambda^2 = \frac{G_a}{e_a} \left(\frac{1}{E_1 e_1} + \frac{1}{E_2 e_2} \right) \quad (I.57)$$

La solution de l'équation (I.54) se présente alors sous la forme :

$$\tau_a = A \cdot \text{Sinh}(\alpha \lambda x) + B \cdot \text{Cosh}(\alpha \lambda x) \quad (I.58)$$

Avec A et B, des coefficients constants déterminés à partir des conditions aux limites choisies. Le Tableau I.6 présente les valeurs des coefficients A et B suivant les conditions aux limites imposées au système étudié.

Dans le cas particulier des joints collés béton/composites, on observe généralement la tendance suivante :

$$\frac{E_1 e_1 b_1}{E_2 e_2 b_2} \longrightarrow 0.$$

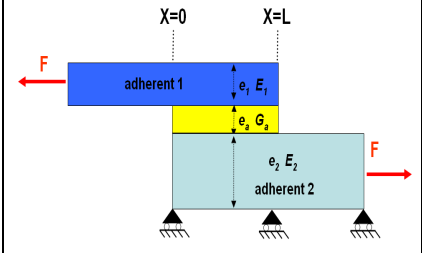
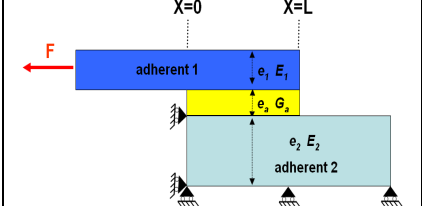
Ainsi la répartition des contraintes de cisaillement devient identique pour les deux types de configurations choisies (a ou b) et cette répartition se résume par l'équation suivante :

$$\tau_a(x) = \frac{\alpha G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{\text{Cosh}(\alpha \lambda x)}{\text{Tanh}(\alpha \lambda L)} - \text{Sinh}(\alpha \lambda x) \right) \quad (I.59)$$

On notera que cette formule est applicable dans le cas des joints à double recouvrement ou à simple recouvrement (sans prise en compte de l'arrachement dû à l'excentricité de l'application des efforts).

Pour $\alpha = 1$ la déformation par cisaillement des adhérents sera négligée, et on retrouve la solution de Völkersen.

Tableau I.6: Détermination des coefficients A et B à partir des conditions aux limites du système étudié.

Configuration du joint	Conditions aux limites	A	B
<p>a)</p> 	<p>• $X = 0$</p> $\sigma_1 = \frac{F}{e_1 \cdot b_1}$ $\sigma_2 = 0$ <p>• $X = L$</p> $\sigma_2 = \frac{F}{e_2 \cdot b_2}$ $\sigma_1 = 0$	$\frac{-\alpha G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1}$	$\frac{\alpha G_a F}{\lambda \sinh(\alpha L) e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{E_1 e_1 b_1}{E_2 e_2 b_2} + \cosh(\alpha L) \right)$
<p>b)</p> 	<p>• $X = 0$</p> $\sigma_1 = \frac{F}{e_1 \cdot b_1}$ $\sigma_2 = \frac{F}{e_2 \cdot b_2}$ <p>• $X = L$</p> $\sigma_1 = 0$ $\sigma_2 = 0$	$\frac{\alpha G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{E_1 e_1 b_1}{E_2 e_2 b_2} - 1 \right)$	$\frac{-\alpha G_a F}{\lambda e_a E_1 e_1 b_1} \left(\frac{E_1 e_1 b_1}{E_2 e_2 b_2} - 1 \right) \cdot \frac{\cosh(\alpha L)}{\sinh(\alpha L)}$

I.4. Généralité sur les études de durabilité des interfaces collées de la littérature

Dans ce paragraphe, on présente une synthèse des études de la littérature concernant la durabilité des assemblages collés. Une attention particulière est tout d'abord portée au processus de vieillissement en milieu humide (vieillissement hygrothermique) de ces assemblages, en dissociant les mécanismes de dégradation à l'échelle microscopique et leurs répercussions sur les propriétés macroscopiques. Le comportement des assemblages sous charge constante (fluage) est ensuite abordé. Il faut souligner que la littérature fournit assez peu d'informations concernant le vieillissement des assemblages collés réalisés avec des supports cimentaires, mais qu'il existe de nombreuses études sur les assemblages impliquant des supports métalliques.

I.4.1 Influence du vieillissement hygrothermique

i) Aspects microscopiques

La pénétration d'eau dans un assemblage collé induit plusieurs processus de vieillissement :

① une évolution microstructurale des matériaux constitutifs et en particulier de l'adhésif : En effet, l'eau pénètre dans le joint de colle par les côtés, induisant une plastification du réseau et une chute des propriétés mécaniques ([ZAN 95], [BRU 04]), comme illustré sur la Figure I-22. Pour les adhésifs sous-réticulés, l'augmentation de mobilité moléculaire peut également favoriser la reprise du processus de polymérisation [BOC 04].

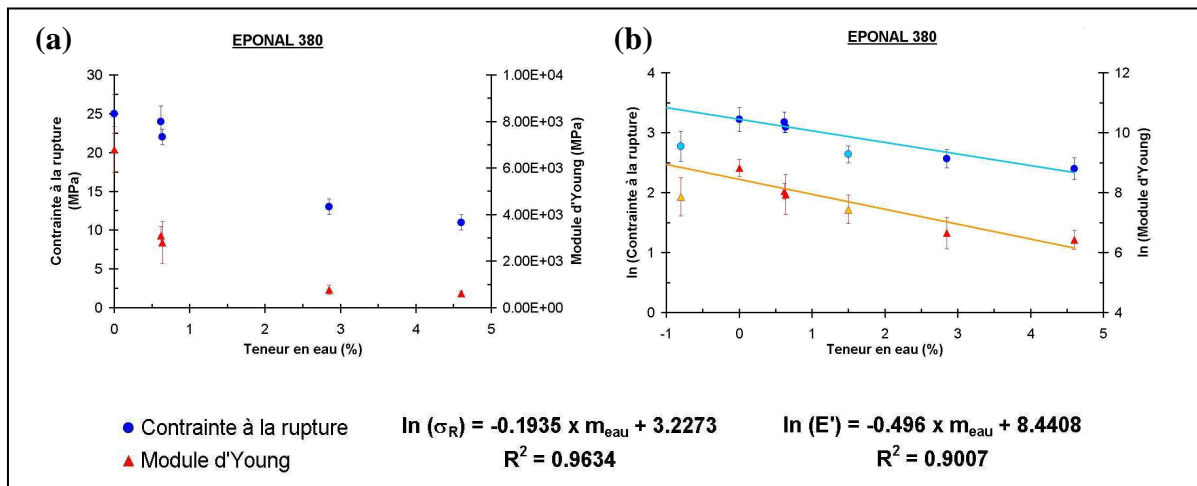


Figure I-22 Evolution du module d'Young et de la contrainte à la rupture d'un adhésif époxyde en fonction de sa teneur en eau : (a) échelle linéaire et (b) échelle logarithmique de l'ordonnée [BRU 04].

② un endommagement localisé de la zone interfaciale entre le polymère et le substrat, où existent initialement des liaisons physiques et éventuellement chimiques entre les deux phases. Il met en jeu différents phénomènes :

- la région interfaciale peut constituer une voie préférentielle de diffusion d'eau par capillarité [ZAN 95]. En effet, l'énergie de surface du substrat peut être assez élevée pour que les interactions eau/substrat se forment au détriment des interactions polymère/substrat (surtout si la surface du substrat présente des sites polaires hydrophiles). La cinétique de sorption à l'interface peut donc être différente de celle observée dans le polymère massique,

- il existerait une concentration critique en eau C_c à l'interface au delà de laquelle surviennent des ruptures de liaisons secondaires (hydrogène ou Van-der-Waals) voire hydrolyse de liaisons covalentes (Figure I-23). Cette concentration critique est estimée à 1,35% pour les joints époxy [KIN 79]. La vitesse de dégradation dépendrait de la cinétique de diffusion de l'eau (avancée du front de concentration critique) depuis le bord du joint vers le cœur de l'assemblage, et serait d'autant plus rapide que le pourcentage d'humidité du milieu et la température sont élevés [POP 05],
- les défauts présents à l'interface (bulles d'air, porosités) peuvent aussi constituer des zones de condensation d'eau. Ces défauts ajoutés au gonflement différentiel colle/substrat sont à l'origine de gradients de concentration et d'une pression osmotique élevée entre l'interface et le joint massif. L'accumulation d'eau très localisée qui en résulte peut provoquer des décohésions à l'interface [BIS 98] (Figure I-24). Ce phénomène serait accentué avec les substrats de nature cimentaire, car les ions alcalins augmenteraient la pression osmotique et favoriseraient la diffusion d'eau depuis le cœur du substrat vers l'interface.

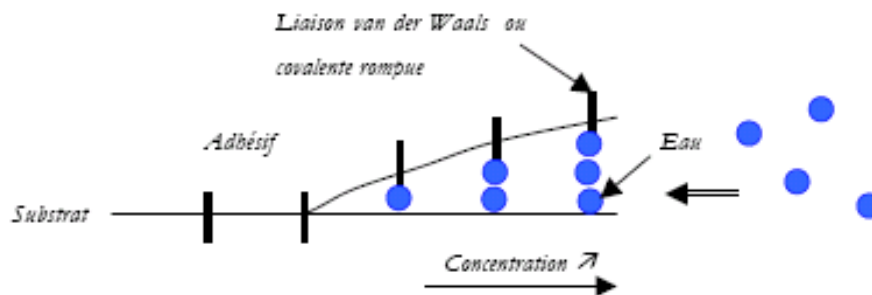


Figure I-23 Description schématique de l'endommagement interfacial induit par les molécules d'eau dans un assemblage collé.

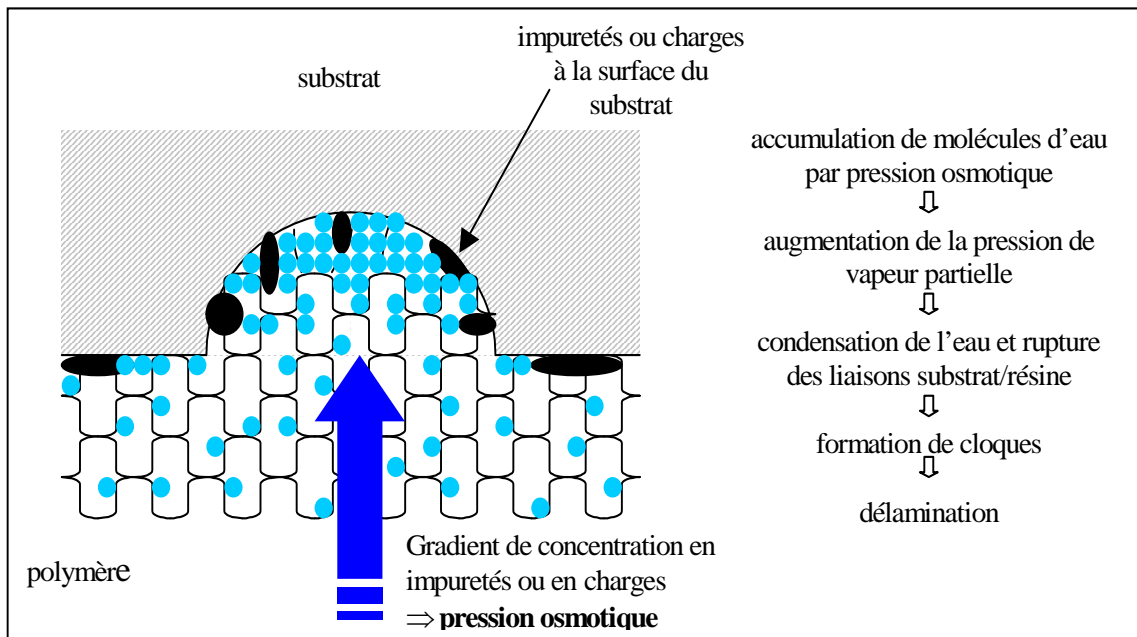


Figure I-24 Représentation schématique de la formation de cloques au niveau de l'interface.

ii) Aspects macroscopiques

Plusieurs auteurs ont étudié l'influence de facteurs environnementaux, comme la température ([LEO 09], [KLA 05], [TAD 00], [BLO 02], [AIE 99]), l'humidité ([AIE 99], [FRI 06], [KAR 98]) les cycles de gel/dégel [KAR 98], etc. sur le comportement des assemblages collés béton/composites.

Aiello *et al.* ont, par exemple, montré que la température extérieure et l'humidité peuvent affecter de manière importante les propriétés mécaniques des assemblages collés [AIE 99]:

- une augmentation de la température d'essai de 23°C à 50°C ferait chuter la résistance en cisaillement d'un assemblage de plus de 80%, tandis que le mode de rupture passerait d'un mode cohésif dans le béton à un mode adhésif à l'interface. Ceci serait lié à la faible température de transition vitreuse des adhésifs du génie civil ($T_g < 50^\circ\text{C}$). Lorsque la température d'essai se rapproche de la T_g du polymère, les propriétés mécaniques de l'adhésif et l'adhérence à l'interface collée chutent rapidement,

- des assemblages immergés pendant plusieurs semaines dans l'eau distillée présentent une chute de propriétés mécaniques de l'ordre de 15 à 20% par rapport aux échantillons non vieillis. Cet effet a été attribué à la plastification du polymère, qui est à l'origine d'une diminution notable de la T_g et d'une chute de l'adhérence interfaciale.

Ces résultats montrent qu'une augmentation de la température ou l'absorption d'une faible quantité d'eau induisent une diminution importante des performances de l'assemblage, liée à une réduction de l'écart entre la température d'essai et la T_g de l'adhésif.

Frigione *et al.* ont également évalué l'impact du vieillissement humide sur les propriétés en cisaillement d'assemblages constitués de prismes de bétons collés avec différentes résines époxydes [FRI 06]. Le vieillissement des assemblages par immersion dans l'eau distillée à 23°C conduirait

(i) d'abord à une augmentation de la résistance du joint attribuée à une relaxation des contraintes résiduelles,

(ii) puis pour des durées plus longues, à une diminution de résistance de 20% à 35% selon l'adhésif utilisé.

Après un mois d'immersion, la rupture interviendrait principalement de manière adhésive à l'interface, ce qui traduirait un endommagement substantiel de l'interface polymère/substrat. Par ailleurs, les assemblages dont l'adhésif présente une forte absorption d'eau au cours du vieillissement subiraient également les chutes de propriétés les plus marquées. Les auteurs expliquent que si la concentration à saturation en eau de l'adhésif dépasse le seuil critique de 1,35% évoqué précédemment, le mécanisme d'endommagement interfacial devient prépondérant.

Karbhari et Zao ont comparé l'influence de différents facteurs environnementaux sur la résistance en flexion 4 points de poutres de béton renforcées par des plats composites collés sur la surface en tension au moyen d'un adhésif époxyde [KAR 98]. Les conditions de vieillissement étaient les suivantes : (i) immersion dans l'eau distillée à 23°C, (ii) immersion dans une solution saline, (iii) conditionnement à -15°C dans l'air et (iv) cycles gel/dégel de 24 heures. Après 120 jours de vieillissement, les chutes de résistances les plus sévères ont été obtenues pour les conditionnements en solution saline et dans l'eau distillée (-45% et -35% respectivement). Les mécanismes mis en jeu seraient la plastification de l'adhésif dans les deux

cas, mais également une dégradation du polymère par hydrolyse dans le cas de l'immersion en milieu salin. La dégradation du plat composite lui-même contribuerait également à la chute des propriétés de l'assemblage.

Chajes *et al.* ont réalisé une étude similaire, en évaluant l'influence de différents facteurs sur la résistance en flexion 4 points de poutres en béton renforcées par des tissus de fibres de carbone, d'aramide ou de verre collés sur la face tendue au moyen d'une résine époxyde [CHA 95]. Les éprouvettes ont été soumises à des vieillissements accélérés par cycles de gel/dégel, ou par cycles d'humidification/séchage. Dans cette étude, le vieillissement par cycle d'humidification/séchage induit les plus grandes variations de propriétés mécaniques des assemblages, avec des chutes de résistances allant de 19 à 36% selon le composite considéré. Le mode de rupture devient progressivement adhésif à l'interface, ce qui traduirait une dégradation significative de la liaison adhésive.

Mukhopadhyaya *et al.* ont étudié l'influence de conditions agressives sur la liaison adhésive entre un béton et un composite à base de fibres de verre, le collage ayant été effectué au moyen d'un adhésif époxyde [MUK 98]. Les assemblages ont été exposés à trois types de vieillissements accélérés : des cycles mouillage-séchage dans une solution chlorée, des cycles gel-dégel à 20°C et -18 °C dans l'air, ou un processus mixte d'immersion en solution chlorée suivie de cycles gel-dégel. Les échantillons ont ensuite été caractérisés à l'aide du test de décohesion (push-off), afin d'évaluer la résistance résiduelle. L'immersion en solution chlorée suivie de cycles gel/dégel serait particulièrement agressive vis à vis des joints adhésifs. L'observation des faciès de rupture montre que ce protocole de vieillissement induit de larges zones de décollement entre le béton et la résine époxyde.

L'ensemble de ces études met en évidence une influence marquée du vieillissement humide sur la résistance mécanique des joints adhésifs, les propriétés pouvant varier de manière importante au bout de quelques semaines de vieillissement. Bien que la chute des propriétés soit systématiquement associée au phénomène de plastification de l'adhésif, il semble que la dégradation de l'interface adhésif/substrat devienne le mécanisme prépondérant en présence d'une concentration d'eau élevée au sein du joint.

I.4.2 Comportement en fluage

i) Généralités sur le fluage des polymères et des adhésifs

Les polymères étant des matériaux viscoélastiques, ils se déforment lorsqu'ils sont soumis à une charge constante. Cette déformation est composée de deux parties : une déformation élastique instantanée qui survient lors de la mise en charge (indépendante du temps) et une déformation visqueuse qui évolue avec le temps et correspond au phénomène de fluage. La déformation totale $\boldsymbol{\varepsilon}(t)$ à un temps t , est donc la somme de la déformation élastique instantanée et de la déformation de fluage.

Le rapport entre la déformation totale et la contrainte constante appliquée ($\boldsymbol{\sigma}_0$) est nommé la complaisance de fluage :

$$C(t) = \frac{\boldsymbol{\varepsilon}(t)}{\boldsymbol{\sigma}_0} \quad (\text{I.60})$$

Viscoélasticité linéaire:

Un matériau viscoélastique peut présenter un comportement linéaire ou non linéaire selon le niveau de contraintes appliqué. Un matériau viscoélastique est linéaire si la complaisance de fluage est indépendante du niveau de chargement appliqué. Les courbes représentant la variation de la complaisance en fluage en fonction du temps pour différents niveaux de contraintes sont alors identiques.

Le graphe suivant (Figure I-25) présente les courbes de fluage d'un matériau sollicité à deux niveaux de contrainte différents (avec $\boldsymbol{\sigma}_2 = K \cdot \boldsymbol{\sigma}_1$) situés dans le domaine de comportement viscoélastique linéaire.

Ainsi à n'importe quel instant (t) après le chargement, $\boldsymbol{\varepsilon}_1$ et $\boldsymbol{\varepsilon}_2$ sont proportionnelles aux contraintes correspondantes $\boldsymbol{\sigma}_1$ et $\boldsymbol{\sigma}_2$:

$$\frac{\boldsymbol{\varepsilon}_2(t)}{\boldsymbol{\sigma}_2} = \frac{k \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_1(t)}{k \cdot \boldsymbol{\sigma}_1} = \frac{\boldsymbol{\varepsilon}_1(t)}{\boldsymbol{\sigma}_1} \quad (\text{I.61})$$

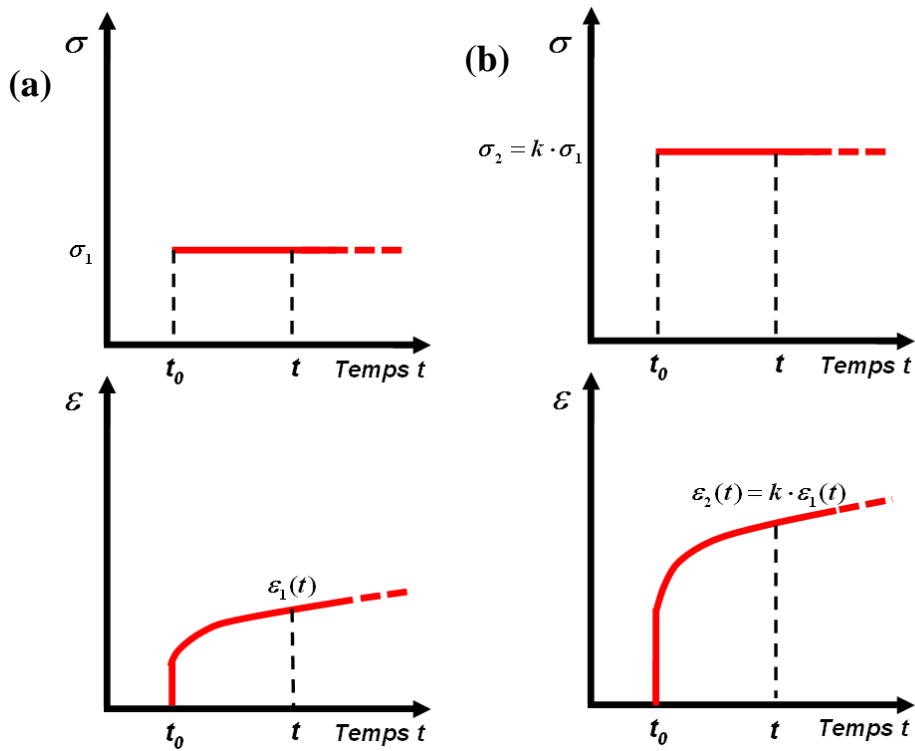


Figure I-25 Courbes de fluage d'un matériau sollicité à deux niveaux de contraintes σ_1 (a) et $\sigma_2 = K \sigma_1$ (b) situés dans le domaine de comportement viscoélastique.

En général, les polymères démontrent un comportement viscoélastique linéaire pour de faibles niveaux de contrainte. Pour des niveaux plus élevés, le matériau peut présenter un comportement viscoélastique non linéaire, qui n'obéit pas à la relation linéaire entre déformation et contrainte. La Figure I-26 schématise cette perte de linéarité survenant à un certain niveau de contrainte.

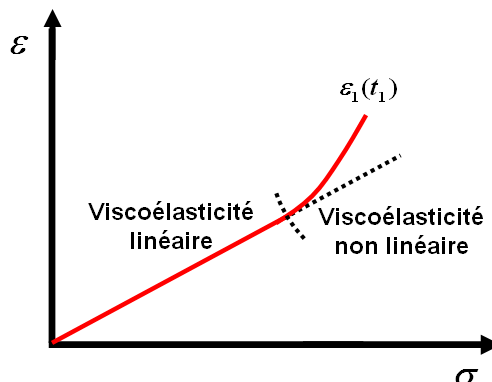


Figure I-26 Courbe isochrone (à $t=t_1$) de la déformation en fonction de la contrainte appliquée pour un matériau sollicité en fluage à différents niveaux de contrainte.

La définition de la viscoélasticité linéaire se traduit par le principe de superposition de Boltzmann. Selon Boltzmann l'ampleur du fluage d'un matériau est une fonction de toutes les contraintes appliquées auparavant et l'effet de l'application de chaque contrainte se cumule. Ainsi si l'on suppose que le matériau est soumis à deux histoires de sollicitation consécutives, sa réponse est la superposition des réponses (Figure I-27).

Selon la théorie de Boltzmann lors de l'application d'une contrainte additionnelle σ_{2,t_1} à $t = t_1$, sur un matériau déjà sollicité en fluage par une contrainte $\sigma_{1,0}$ appliquée à $t=0$, les deux sollicitations agissent indépendamment et la déformation totale du matériau est la somme de deux déformations séparées :

$$\varepsilon(t) = C(t) \cdot \sigma_{1,0} + C(t - t_1) \cdot \sigma_{2,t_1} \quad (\text{I.62})$$

$C(t)$ et $C(t - t_1)$ étant respectivement les complaisances en fluage relatives à la durée d'application des contraintes $\sigma_{1,0}$ (à $t = 0$) et σ_{2,t_1} (à $t = t_1$).

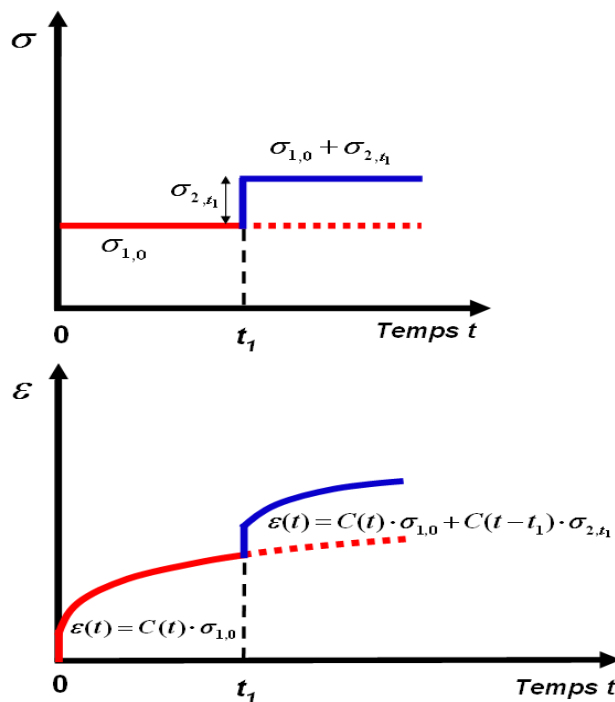


Figure I-27 Illustration du principe de superposition de Boltzmann.

La Figure I-28 présente une courbe de fluage typique (déformation en fonction du temps) sous chargement et température constants. Cette figure décrit les trois étapes habituellement observées durant le phénomène de fluage [MAJ 09]. La vitesse de déformation $(\frac{d\varepsilon}{dt})$, également nommé vitesse de fluage, correspond à la pente de la courbe de fluage.

Immédiatement après le chargement, la vitesse de fluage est relativement élevée puis elle diminue progressivement avec le temps (stade de fluage primaire ou transitoire), jusqu'à atteindre une valeur minimale constante (stade de fluage secondaire ou stationnaire). Ce stade de fluage secondaire peut être interrompu par la phase de fluage tertiaire accompagnée d'une accélération de la vitesse de déformation, qui mène finalement à la rupture par fluage du matériau. Dans les conditions habituelles de service des structures de génie civil (température et chargement appliqué), l'échelle de temps de la phase de fluage secondaire des adhésifs structuraux est très longue, et la phase de fluage tertiaire peut ne jamais intervenir pendant le cycle de vie de l'assemblage collé.

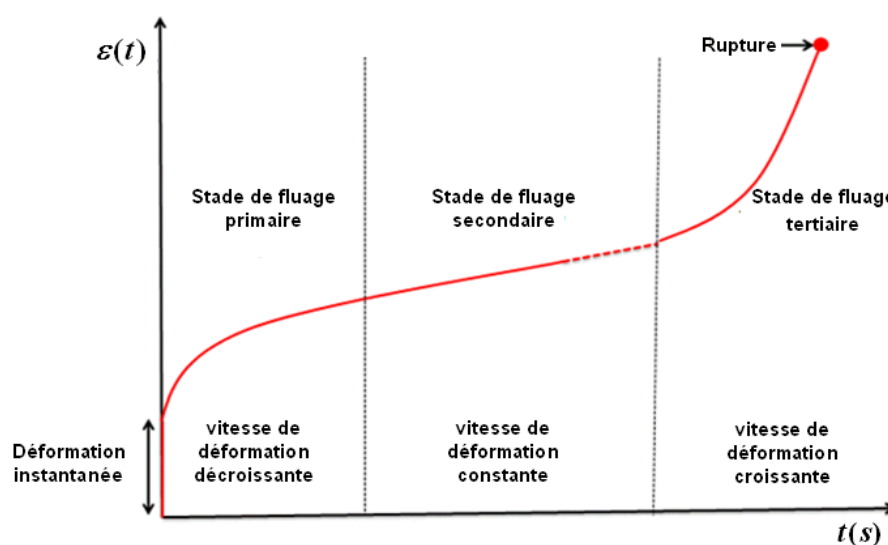


Figure I-28 Caractéristiques des stades de fluage successifs.

Principe de Superposition Temps-Température (PSTT):

Les matériaux destinés à l'usage structurel sont généralement conçus pour durer des dizaines d'années. Par conséquent, afin d'évaluer leur comportement viscoélastique tout au long de leur durée de vie et de service (en condition de fluage), il est nécessaire d'utiliser des procédures accélérées (procédures expérimentales et phénoménologiques). Le fluage des polymères étant connu pour sa sensibilité à plusieurs conditions environnementales, tels que l'humidité, la température ou le niveau de contrainte appliquée, ces phénomènes peuvent être alors accélérés en modifiant un des paramètres. La méthode permettant de prédire le comportement de fluage à long terme des polymères en se basant sur une augmentation de la température d'essais est appelé le principe de superposition temps-température tout d'abord identifié par Leaderman [LEA 43]. Selon cet auteur, les courbes représentant la complaisance de fluage en fonction du

logarithme du temps obtenues à différentes températures ont la même allure, mais l'augmentation de température fait contracter l'échelle de temps. Tobolsky et Andrews [TOB 45] ont ensuite proposé de superposer les courbes individuelles (enregistrées pour chaque température) afin de reconstituer une courbe unique de référence nommée courbe maîtresse.

Cette méthode a été utilisée pendant des décennies pour prédire le comportement de fluage à long terme des matériaux à la température choisie (température de référence) à partir d'essais réalisés à court terme à des températures plus élevées. Plusieurs auteurs ([SHE 10], [DAS 09], [VAI 03]) proposent de construire la courbe maîtresse à une température de référence T_0 , en translatant chaque courbe de complaisance en fluage obtenues à différents températures ($C(t, T)$). Celles-ci sont déplacées individuellement le long de l'axe log (temps) du graphe représentant l'évolution de la complaisance en fonction du logarithme du temps, suivant un facteur de glissement a_T , de telle façon qu'elles forment une seule courbe correspondant à la courbe de complaisance en fluage à la température de référence T_0 . Le principe de cette technique est représenté sur la Figure I-29.

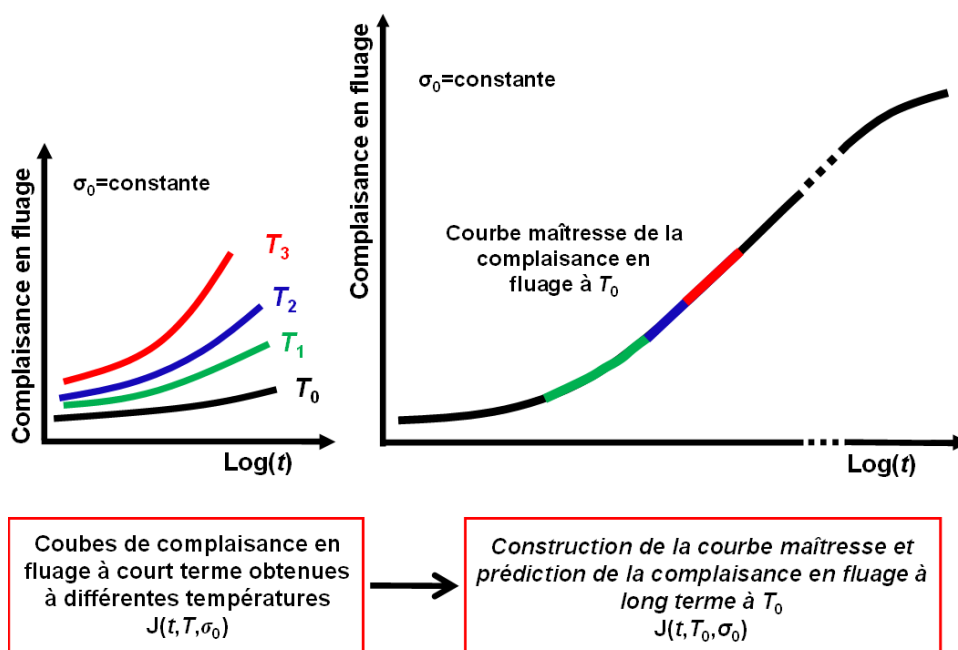


Figure I-29 Méthode de construction de la courbe maîtresse de fluage se basant sur le principe de superposition temps-température.

Modèle rhéologique de fluage de Burgers:

Les comportements rhéologiques dépendants du temps peuvent, pour la plupart, être reproduits par des modèles construits avec des ressorts élastiques et des amortisseurs (éléments visqueux linéaires) associés en série. Tant que le fluage tertiaire n'est pas atteint, le modèle rhéologique de Burgers permet de simuler de façon satisfaisante le comportement de fluage des polymères qui présentent un comportement viscoélastique linéaire [YAN 06]. Ce modèle est obtenu en connectant deux ressorts et deux amortisseurs conformément au schéma de la Figure I-30. Il s'agit donc d'un modèle de Maxwell associé en série avec un modèle de Kelvin-Voigt.

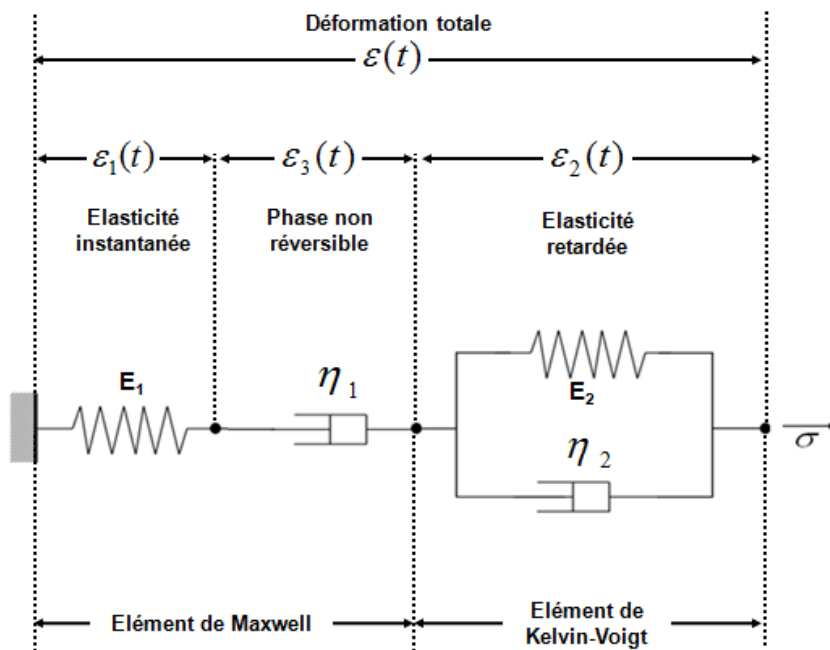


Figure I-30 Description du modèle de fluage de Burgers.

Ce paragraphe décrit les équations du modèle de Burgers, ainsi qu'une méthode pratique et simple permettant d'identifier les paramètres de ce modèle à partir d'une courbe de fluage ($\varepsilon(t)$: déformation (ε) en fonction du temps (t)). Les équations du modèle de Burgers peuvent être obtenues en se basant sur la réponse en termes de déformation des éléments du modèle (élément de Maxwell, élément de Kelvin-Voigt) consécutive à l'application d'une contrainte constante. Or lorsqu'on applique une contrainte constante à l'ensemble, la contrainte dans chaque modèle élémentaire est identique, et la déformation totale ($\varepsilon(t)$) est la somme des déformations élémentaires. Ainsi, la réponse en fluage se calcule simplement comme la somme des réponses élémentaires en déformations :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_1 + \varepsilon_2(t) + \varepsilon_3(t) \quad (\text{I.63})$$

Avec:

$$\varepsilon_1 = \frac{\sigma_0}{E_1} \quad (\text{I.64})$$

$$\varepsilon_2(t) = \frac{\sigma_0}{E_2} \left[1 - \exp\left(\frac{-E_2}{\eta_2} t\right) \right] \quad (\text{I.65})$$

$$\varepsilon_3(t) = \frac{\sigma_0}{\eta_1} t \quad (\text{I.66})$$

où σ_0 est la contrainte constant appliquée; E_1 et E_2 sont les modules d'élasticité des ressorts ; η_1 et η_2 sont les coefficients de viscosité dynamique des amortisseurs.

L'équation (I.64) est issue de la loi de Hooke. ε_1 , $\varepsilon_2(t)$ et $\varepsilon_3(t)$ représentent respectivement la déformation élastique instantanée du ressort de l'élément de Maxwell, la déformation élastique retardée du ressort de l'élément de Kelvin-Voigt et la déformation visqueuse de l'amortisseur de l'élément de Maxwell. La déformation totale peut alors être exprimée par la relation suivante :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_e + \varepsilon_c(t) = \sigma_0 \left[\frac{1}{E_1} + \frac{t}{\eta_1} + \frac{1}{E_2} \left(1 - \exp\left(\frac{-E_2}{\eta_2} t\right) \right) \right] \quad (\text{I.67})$$

Avec $\varepsilon_e = \varepsilon_1$: la partie élastique de la déformation totale

et $\varepsilon_c(t) = \varepsilon_2(t) + \varepsilon_3(t)$ est la déformation due au fluage.

En dérivant l'équation (I.67) par rapport au temps, il est possible d'obtenir l'expression de la vitesse de fluage :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{\sigma_0}{\eta_1} + \frac{\sigma_0}{\eta_2} \exp\left(\frac{-E_2}{\eta_2} t\right) \quad (\text{I.68})$$

L'équation (I.68), permet d'identifier les caractéristiques de chaque stade de fluage :

- Le stade primaire est caractérisé par une diminution de la vitesse de fluage de la valeur $\left(\frac{\sigma_0}{\eta_1} + \frac{\sigma_0}{\eta_2} \right)$ à la valeur $\frac{\sigma_0}{\eta_1}$. Cette diminution est due au durcissement du matériau (augmentation de la résistance au fluage du matériau avec l'augmentation de la déformation).
- Le stade secondaire est caractérisé par une stabilisation de la vitesse de fluage à une valeur de $\left(\frac{\sigma_0}{\eta_1} \right)$. Ce comportement est dû à l'équilibre entre les deux processus de durcissement et de restauration au sein du matériau.

Détermination des paramètres du modèle de Burgers :

Nous détaillons ici la méthode de détermination des paramètres du modèle de Burgers telle que nous l'avons appliquée dans les travaux de modélisation décrits dans la suite de ce document.

Les paramètres du modèle de Burgers peuvent être facilement identifiés à partir d'une courbe expérimentale de fluage qui représente la déformation totale en fonction du temps (Figure I-31).

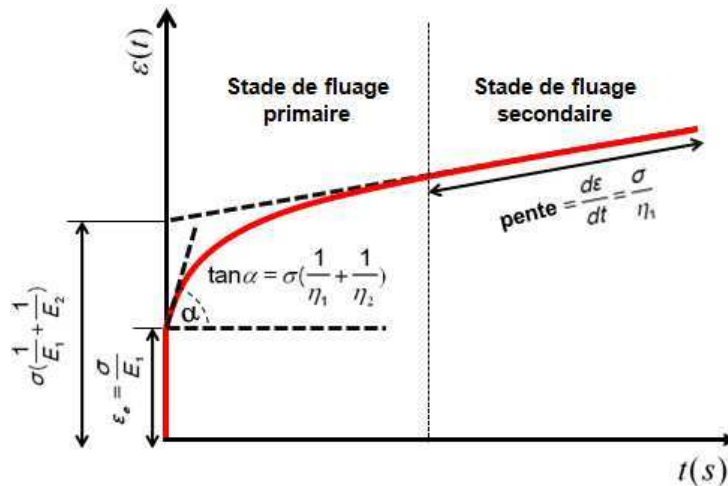


Figure I-31 Détermination des paramètres du modèle de Burgers.

Le module d'élasticité E_1 peut être calculé à partir de la déformation élastique instantanée observée expérimentalement ($t=0$ dans l'équation (I.67)) :

$$\varepsilon_e = \frac{\sigma_0}{E_1} \quad (\text{I.69})$$

Le coefficient d'amortissement (η_1) peut être identifié géométriquement à partir de la valeur constante de la vitesse de fluage mesurée lors du stade de fluage secondaire. Tout d'abord, remarquons que le stade de fluage secondaire survient après une période de charge importante. Or lorsque t est très grand, l'équation (I.67) est équivalente à :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 \left[\frac{1}{E_1} + \frac{t}{\eta_1} + \frac{1}{E_2} \right] = \frac{\sigma_0 \cdot t}{\eta_1} + \left(\frac{\sigma_0}{E_1} + \frac{\sigma_0}{E_2} \right) \quad (\text{I.70})$$

Le coefficient directeur de la droite représentative du fluage secondaire (voir Figure I-31) est donc $\frac{\sigma_0}{\eta_1}$, ce qui permet de déduire géométriquement la valeur de η_1 .

Comme la valeur de E_I est déjà déterminée, l'identification expérimentale du point d'intersection de la droite définie par l'équation (I.70) avec l'axe des y permet d'identifier la valeur de E_2 (en posant $\varepsilon(0) = \sigma_0 \left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \right)$, voir la Figure I-31).

Le fluage du matériau débute immédiatement après l'application du chargement (à $t=0^+$) à la vitesse $\left(\frac{d\varepsilon}{dt} \right)_{\rightarrow 0}$. Cette vitesse, qui se calcule aisément à partir de l'équation (I.68) :

$$\left(\frac{d\varepsilon}{dt} \right)_{\rightarrow 0} = \sigma_0 \left(\frac{1}{\eta_1} + \frac{1}{\eta_2} \right)$$

est égale à la pente ($\tan \alpha$) de la tangente à la courbe représentant la déformation totale en fonction du temps à $t=0^+$ (avec α l'angle entre cette tangente et l'axe des abscisses – comme le montre la Figure I-31). Il est donc possible de déterminer η_2 en utilisant l'égalité suivante:

$$\left(\frac{d\varepsilon}{dt} \right)_{\rightarrow 0} = \sigma_0 \left(\frac{1}{\eta_1} + \frac{1}{\eta_2} \right) = \tan \alpha \quad (\text{I.71})$$

Puisque η_1 a préalablement été déterminé, la mesure de α sur la courbe expérimentale (voir Figure I-31) ainsi que l'équation I.71 permettent de déterminer la valeur de η_2 .

ii) Fluage des interfaces collées

Les adhésifs époxy (qui sont les adhésifs les plus utilisés dans les systèmes de renforcement par collage de PRF) présentent un comportement viscoélastique linéaire ou non linéaire ([BRI 82], [DEA 07], [MIR 90]). Ce comportement viscoélastique de l'interface adhésive dans les assemblages collés béton/composite, provoque une redistribution des contraintes et des déformations le long de l'interface et à la surface des adhérents. Dans certains cas, elle peut provoquer la rupture du renforcement. Dans [MES 09] les auteurs ont observé que la sollicitation de fluage d'une interface collée impliquant une contrainte de cisaillement importante (généralement exprimée comme un pourcentage de la résistance en cisaillement de l'interface) entraîne la rupture de l'assemblage collé. La rupture a alors lieu à l'interface béton/PRF lors du fluage tertiaire du joint de colle.

Pour prévenir ce type de rupture dans les structures renforcées, de nombreuses études expérimentales, numériques et analytiques ont été menées afin de mieux appréhender et de prédire par le calcul le comportement en fluage des assemblages collés béton/composites ([MES 09], [DIA 07], [CHO 07], [DIA 09], [FER 11], [CHO 10], [ZHA 11]). Nous allons ici décrire rapidement certaines de ces études, sans nous attarder sur le détail des résultats mais en nous intéressant plus particulièrement à la démarche suivie et aux moyens expérimentaux mis en œuvre dans celles-ci. En effet, plusieurs configurations expérimentales, permettant de solliciter en fluage les interfaces collées béton/composites sont décrites dans la littérature. Ces dispositifs sont généralement basés sur le principe de l'essai à double recouvrement.

Par exemple, dans [CHO 07] les auteurs ont utilisé un dispositif de chargement par masse afin d'étudier puis de modéliser le fluage de la couche adhésive à l'interface béton/composites. L'effort constant est appliqué aux corps d'épreuve par un système de potence permettant de générer un bras de levier amplifiant la charge due aux masses (Figure I-32).



Figure I-32 Dispositif à potence pour la sollicitation de fluage de l'interface collée béton/FRP – corps d'épreuve à deux blocs (d'après [CHO 07]).

Lors de cette étude, un modèle analytique basé sur les résultats expérimentaux a été formulé puis utilisé pour modéliser le comportement viscoélastique en fluage de la couche de colle. La Figure I-33 présente la démarche suivie par les auteurs.

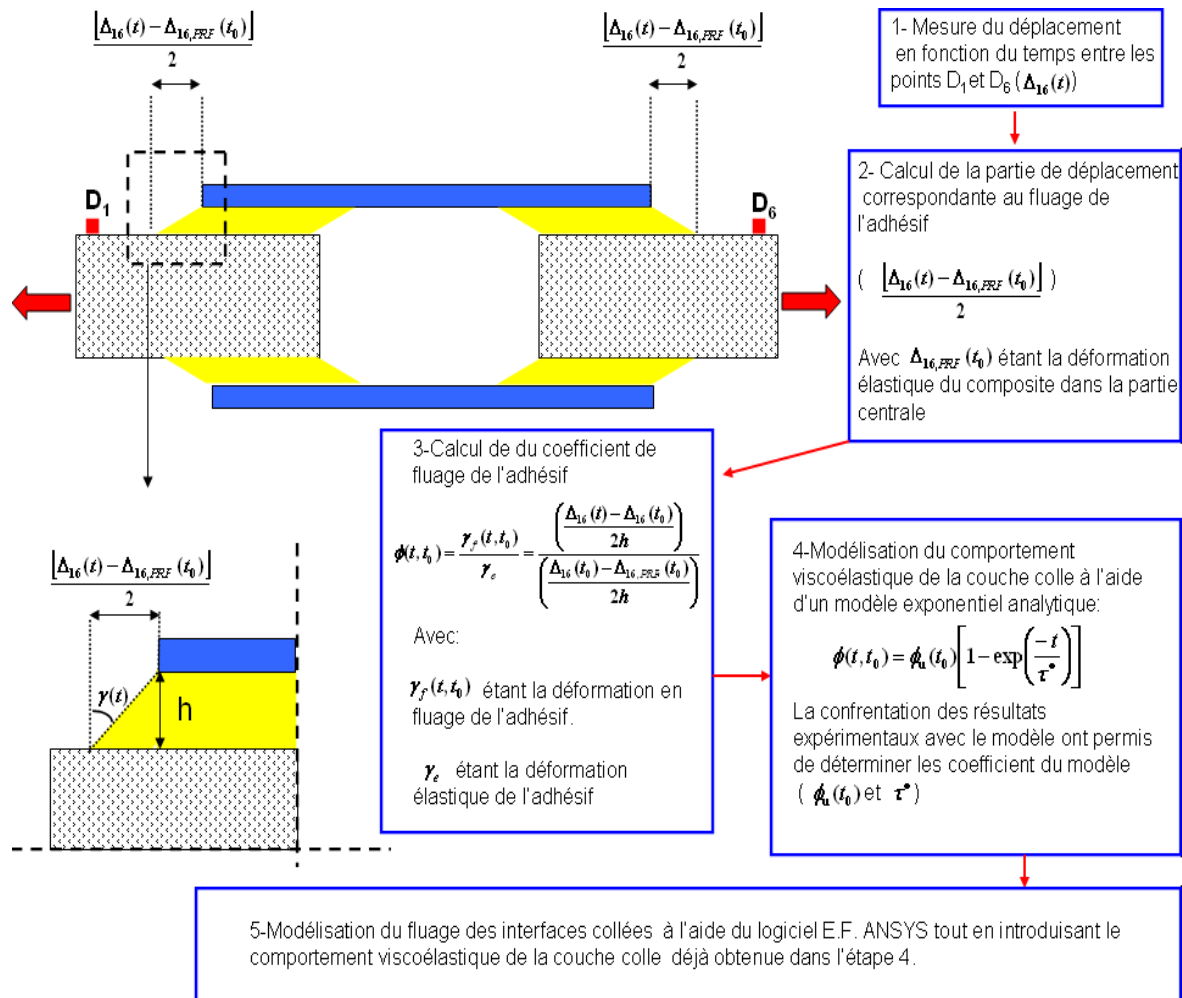


Figure I-33 Méthodologie de modélisation du fluage de l'interface collée suivie dans [CHO 07].

Le principe de ce dispositif expérimental astucieux a été repris dans [MAZ 11] mais les corps d'épreuve testés sont alors constitués d'un seul bloc de béton (Figure I-34). Les auteurs ont étudié le comportement en fluage à long terme des interfaces collées béton/composites. Trois longueurs de recouvrement ont été testées (100, 200 et 400mm). Les échantillons ont été sollicités en fluage avec un niveau de chargement correspondant à 50% de la résistance ultime en traction des joints collés. Les essais ont été réalisés dans une salle climatique (20°C, H.R. 60%) pendant cinq ans. Une instrumentation spécifique par jauges de déformation a été installée sur les faces supérieures des plats de renfort afin de suivre l'évolution des profils de déformation pendant toute la durée du fluage. Au terme de la période de vieillissement, les joints collés ont subi des essais destructifs visant à déterminer leurs résistances résiduelles afin de les comparer à celles mesurées sur des échantillons de référence (non vieillis). Suite à ces essais, les auteurs indiquent n'avoir identifié aucune dégradation des propriétés mécaniques des interfaces collées consécutive aux conditions de vieillissement imposées aux corps d'épreuve.



Figure I-34 Dispositif à potence pour la sollicitation de fluage de l'interface collée béton/FRP – corps d'épreuve à un bloc (d'après [MAZ 11]).

Dans [ZHA11] un modèle viscoélastique analytique a été développé afin de décrire le comportement en fluage des interfaces collées, pour le cas d'un chargement de flexion de poutres en béton armé renforcées par composites collés. Dans ce modèle la poutre et le plat de renfort en PRF ont été considérés comme des matériaux élastiques alors que l'adhésif a été considéré comme un matériau viscoélastique. Le comportement mécanique de l'adhésif a été simulé à l'aide d'un modèle standard linéaire solide (SLS) constitué d'un ressort et d'un élément de Maxwell montés en parallèle. Les résultats du modèle analytique ont été comparés à ceux d'une modélisation aux éléments finis. La corrélation très satisfaisante observée entre les résultats de ces différentes méthodes de calcul a permis aux auteurs de conclure que le modèle proposé était apte à prédire le fluage à long terme de l'interface collée (par exemple la redistribution des contraintes interfaciales) ainsi que le comportement structurel de la poutre renforcée (par exemple l'évolution de sa flèche).

Dans [DIA 08] un modèle viscoélastique analytique basé sur le modèle de Maxwell a été développé et validé. Ce modèle permet de prédire le comportement en fluage à long terme de la couche adhésive dans les assemblages collé béton/composite. Notamment, il a été utilisé afin d'évaluer l'évolution de la longueur d'ancrage consécutive au fluage de la couche adhésive, dans le cas d'une configuration expérimentale impliquant un dispositif à double recouvrement. Les auteurs ont remarqué ainsi que la longueur d'ancrage augmente au cours du temps. Cette longueur et son évolution dépendent de la rigidité de la couche adhésive. Ainsi, la longueur d'ancrage diminue quand la rigidité de l'adhésif augmente. Il en résulte que la longueur collée doit être plus importante que la longueur d'ancrage initiale, car le comportement de fluage de l'adhésif tend à augmenter cette longueur.

Dans [FER 01] l'essai de fluage est réalisé sur des corps d'épreuves à double recouvrement en reliant les barres métalliques traversant les blocs de béton à un cadre rigide fermé. Dans cette configuration, les barres sont bloquées par des écrous et l'effort de traction est appliqué aux barres par un système de serrage à clef dynamométrique (Figure I-35). Lors de cette étude les auteurs ont pu valider la possibilité d'application du principe de superposition temps température (PSTT) afin de prédire le comportement de fluage à long terme des assemblages collés béton/composite étudiés à partir des essais à court terme réalisés à différentes températures sur des éprouvettes d'adhésif. Ces essais ont amené les auteurs à conclure que pour garantir la durabilité du renforcement, la température de transition vitreuse minimale du polymère qui permet de limiter le fluage dans l'interface doit être de l'ordre de 50°C.

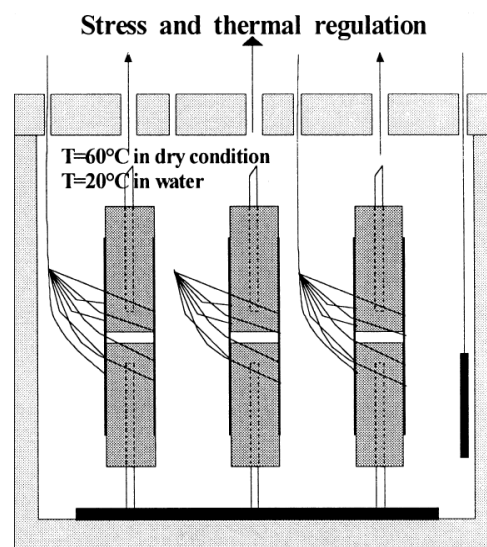


Figure I-35 Dispositif en cadre rigide fermé pour la sollicitation de fluage de l'interface collée béton/FRP [FER 01].

Dans [GAM 10] un modèle aux éléments finis a été développé afin de prédire les propriétés de l'interface collée après une exposition à long terme à des cycles de température, à une humidité constante et à un chargement mécanique maintenu. Le modèle s'est révélé capable de décrire le comportement du joint (notamment le profil de déformation le long de l'interface), mais aussi de prédire la résistance en cisaillement résiduelle ainsi que le mode de rupture de l'assemblage collé.

I.5. Conclusion du Chapitre I

Cette revue bibliographique, qui débute par une présentation du contexte général du renforcement par composites collés, introduit rapidement la problématique de la durabilité de ces systèmes de renfort. En effet, celle-ci représente un enjeu majeur du développement de cette famille de techniques de réparation. Pour en cerner le contenu scientifique, nous avons décrit les matériaux impliqués dans les systèmes de renfort, dont les adhésifs structuraux et plus particulièrement les résines époxy et nous nous sommes alors intéressés à leur évolution dans le temps.

Il résulte de cette première partie de l'étude bibliographique que les joints collés sont le point sensible, vis-à-vis de la durabilité, du système de renfort collé. Notamment, le couplage de la sollicitation mécanique et du vieillissement hygrothermique apparaît comme particulièrement agressif vis-à-vis du joint collé. Pourtant les recherches combinant ces deux sollicitations sont peu nombreuses.

Dans la seconde partie de cette étude bibliographique, notre intérêt s'est donc porté sur quelques publications concernant le comportement de ces joints collés. Cela nous a permis d'identifier un principe de montage expérimental semblant particulièrement adapté et qui consiste à appliquer une charge constante à un dispositif à double recouvrement. La mise en place d'un tel dispositif dans une chambre climatique, comme l'ont réalisé certains auteurs, permet de créer les conditions d'un vieillissement accéléré combinant sollicitations mécanique et environnementale (température et humidité). Nous avons retenu cette façon de faire pour notre campagne expérimentale.

La complexité du transfert de charge du support béton vers le composite (au travers du joint collé) a amené de nombreux chercheurs à développer des modélisations analytiques et aux éléments finis pour tenir compte de comportement complexes tels que ceux présentés par les adhésifs viscoélastiques. Les types de modèles présentés (modèle de Burgers par exemple) ainsi que les résultats satisfaisants rapportés par les auteurs nous ont convaincus que de telles modélisations sont nécessaires pour venir en appui des recherches expérimentales.

CHAPITRE II

Etude expérimentale et théorique du comportement en fluage des adhésifs

Ce chapitre a pour objectif de mieux appréhender la réponse en fluage de l'adhésif massique et propose une méthodologie permettant d'identifier une loi de comportement à long terme de ce matériau sous charge constante.

La première partie est consacrée à la description des deux adhésifs commerciaux considérés dans cette étude et aux caractérisations préalables de ces systèmes par des techniques usuelles de laboratoire (analyses thermiques, viscoélastiques et tests mécaniques). Afin de s'affranchir des taux élevés de charges minérales contenus dans les formulations commerciales, des caractérisations complémentaires ont également été réalisées sur les liants organiques extraits de ces deux systèmes.

La seconde partie présente une approche prédictive du comportement en fluage non linéaire de l'adhésif basée sur i) la réalisation de tests court terme de fluage thermo-stimulé, ii) la construction de courbes maîtresses par application du principe de superposition temps-température (PSTT), et iii) le développement d'un modèle rhéologique dont les paramètres sont identifiés à partir des courbes maîtresses. Cette approche est mise en œuvre dans le cas des adhésifs commerciaux et de leurs liants extraits.

Enfin, une dernière partie vise à évaluer l'influence du vieillissement hygrothermique sur la microstructure et les propriétés en fluage des adhésifs commerciaux.

II.1. Caractérisations physico-chimique et mécanique des adhésifs

II.1.1 Présentation des systèmes commerciaux étudiés

Dans le cadre de cette étude, deux adhésifs époxy bi-composants industriels ont été sélectionnés. Ces adhésifs sont tout deux préconisés pour le collage de lamelles composites pultrudées à base de fibres de carbone en vue du renforcement d'ouvrages en béton, et sont conformes à la norme EN 1504-4 relative au collage structural pour renforcement par plaques collées.

Le premier système est commercialisé par la société SIKA France sous le nom Sikadur® 30, cet adhésif est principalement destiné au collage des lamelles *Sika® CarboDur®* ou de plats en acier [CST 11-b]. Il comprend une base prépolymère époxyde de type diglycidyl éther de bisphénol A ou DGEBA (composant A) et un durcisseur à base d'amines cyclo-aliphatiques (composant B). Lors de la mise en œuvre, ces constituants A et B sont mélangés dans les proportions massiques 3/1, de manière à former une pâte thixotrope capable de polymériser à température ambiante. Le Tableau II.1 regroupe les principales caractéristiques physiques et mécaniques du système Sikadur® 30 figurant sur la fiche technique du fabricant [SIK-30].

Tableau II.1 : Principales caractéristiques techniques du système Sikadur® 30 [SIK-30].

<i>Caractéristiques</i>	<i>Données fabricant</i>
Densité à + 23°C	1,65 ± 0,1 kg/l (mélange A+B)
Durée de vie en pot	~ 120 mn à +8°C ~ 90 mn à +20°C ~ 20 mn à +35°C
Température de mise en œuvre	+8°C min /+35°C max
Température de service	-40°C à + 45°C après durcissement à + 23°C
Température de transition vitreuse (T_g)	62°C après 7 jours de durcissement à +45°C
Résistance en traction (DIN 53455)	24-27 MPa après 7 jours à +15°C 26-31 MPa après 7 jours à +35°C
Module d'élasticité en traction (ISO 527)	11200 MPa après 14 jours à +23°C
Module d'Elasticité en compression (ASTM-D695)	9600 MPa après 14 jours à +23°C
Résistance en cisaillement (DIN 53283)	18 MPa après 7 jours à +23°C
Adhérence	> 4 MPa sur béton (rupture béton) > 21 MPa sur acier (EN 24624)

Le second système est l'adhésif Etacol 492 commercialisé par la société SPPM et préconisé pour le collage des plats en carbone *Compodex C12 [CST 11-a]*. Il s'agit également d'un adhésif bi-composants, comportant un prépolymère époxyde de type DGEBA (composant A) et un durcisseur à base de polyamides modifiés et d'amines cyclo-aliphatiques (composant B) [*FDS SPPM*]. Le rapport de mélange en masse entre constituants A et B est de 1/1. Les principales caractéristiques physiques et mécaniques de l'Etacol 492 fournies par le fabricant sont regroupées dans le Tableau II.2 [*CST 11-a*].

Tableau II.2 : Caractéristiques mécaniques et physico-chimiques du système ETANCOL 492 [*CST 11-a*].

<i>Caractéristiques</i>	<i>Données fabricant</i>
Densité à +23°C	Résine : $1,43 \pm 0,05$ Durcisseur : $1,52 \pm 0,10$
Durée de vie en pot (ISO 9514)	~ 120 mn à +10°C ~ 60 mn à +23°C ~ 30 mn à +35°C
Température de mise en œuvre	+5°C min/ +35°C max
Température de transition vitreuse (T_g) (ISO 11357-2 – analyse DSC)	$54^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$
Résistance en traction (ISO 527)	29.5 ± 1 MPa
Allongement à rupture en traction (ISO 527)	$0,65 \pm 0,1$ %
Module d'élasticité en traction (ISO 527)	4940 ± 170 MPa
Module d'Elasticité en compression (ISO 604)	4200 ± 150 MPa
Adhérence (NFP 18852)	$2,7 \pm 0,2$ MPa sur béton sablé (rupture béton) $2,5 \pm 0,2$ MPa sur béton humide sablé (rupture béton)

Notons que les fiches techniques des deux systèmes ne fournissent pas d'informations sur le comportement en fluage ou la durabilité des produits dans les conditions de service. Ces caractéristiques vont faire l'objet des différentes investigations menées dans ce chapitre.

II.1.2 Caractérisation des charges et extraction des liants organiques

Les adhésifs étudiés contiennent des teneurs importantes en charges minérales destinées à ajuster les propriétés du mélange lors de la mise en œuvre, et en particulier à conférer une texture (viscosité et thixotropie) appropriée au collage et au maintien en place des lamelles composites sur le support.

Dans ce paragraphe, des observations au microscope optique ou électronique à balayage (MEB) couplées à des analyses élémentaires par spectrométrie X à dispersion d'énergie (EDS) permettront tout d'abord d'évaluer la taille, la dispersion volumique et la nature des charges minérales contenues dans les deux adhésifs commerciaux étudiés. Par la suite, une séparation de la matière pulvérulente et du liant organique par centrifugation en solution permettra :

- d'évaluer les teneurs en charges et en liants dans les composants A et B des deux adhésifs commerciaux,
- de récupérer les liants organiques des composants A et B des deux systèmes, de manière à pouvoir préparer des échantillons d'adhésifs non chargés destinés aux caractérisations ultérieures, notamment en fluage.

i) Caractérisation des charges par analyses MEB/EDS

Des observations en microscopie optique et MEB ont été réalisées sur des échantillons d'adhésifs Sikadur 30 et Etacol 492, après polymérisation à température ambiante dans les conditions stœchiométriques (respect des rapports de mélange des composants A et B), et après polissage de la surface des échantillons au moyen d'une polisseuse automatique équipée de disques abrasifs. Ces observations ont été réalisées au moyen i) d'un microscope optique ZEISS Axio Scope A.1 et ii) d'un microscope électronique à balayage Hitachi S570. Des analyses et cartographies élémentaires ont également pu être effectuées au moyen de la sonde à dispersion d'énergie EDS couplée au MEB (modèle Quantas de la société Bruker).

Les Figure II-1 (a) et Figure II-1 (b) présentent les micrographies obtenues pour les surfaces polies des échantillons de Sikadur 30 et Etacol 492, respectivement. L'examen de ces micrographies fait apparaître les caractéristiques suivantes :

- pour le Sikadur 30, les charges minérales sont réparties de manière assez uniforme au sein de la résine polymère ; ces particules sont assez grossières (taille maximale voisine de 250 μm) et présentent des surfaces peu anguleuses.
- les micrographies de l'adhésif Etacol 492 montrent la présence de nombreuses bulles d'air (en noir, avec des diamètres importants jusqu'à 350 μm). Ces cavités proviennent

de l'air piégé au sein de l'adhésif lors de la phase de mélange des constituants A et B. Sur le cliché à fort grossissement, il est possible d'entrevoir les charges minérales sous la forme d'un mouchetis uniformément dispersé au sein de la résine; ces charges ont une taille beaucoup plus petite que celles du Sikadur 30 et semblent également présenter un aspect plus anguleux.

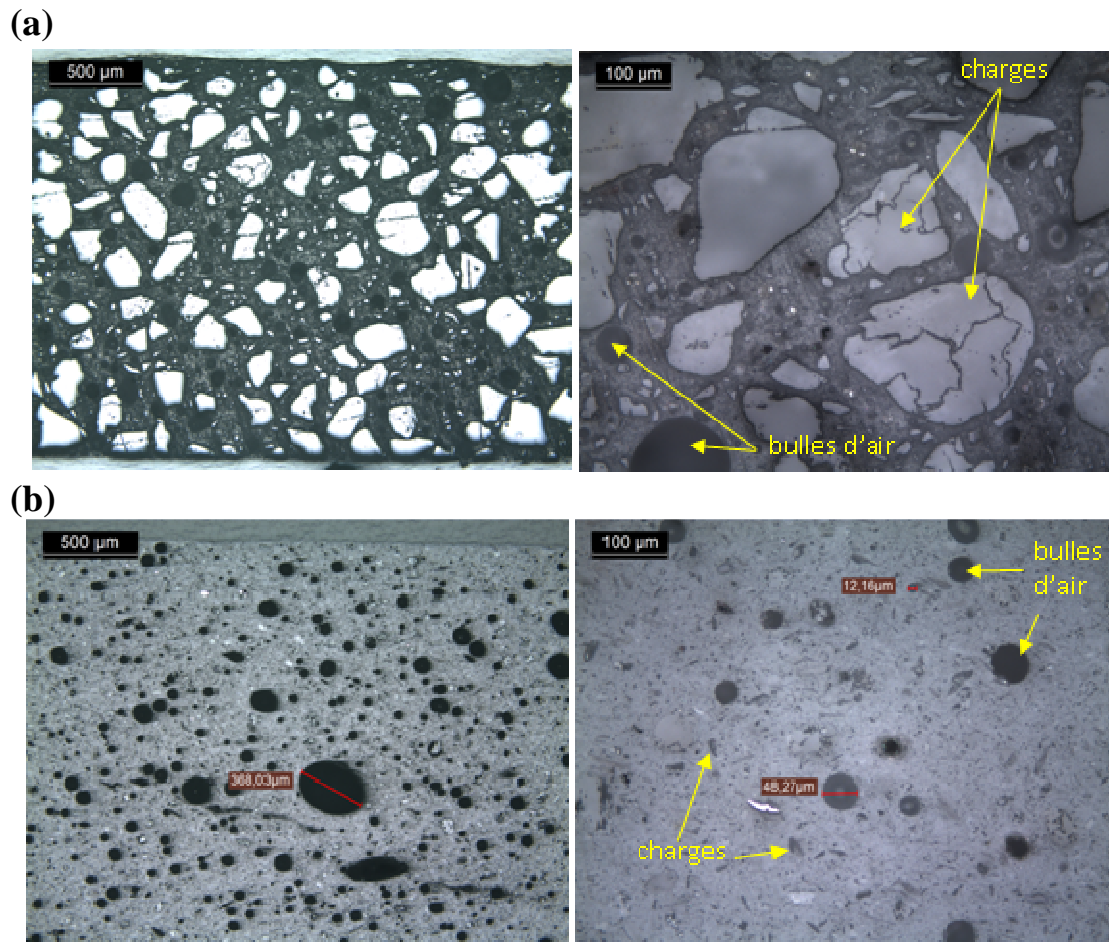


Figure II-1 Micrographies optiques d'échantillons polis d'adhésifs Sikadur 30 (a) et Etacol 492 (b).

Les Figure II-2 (a) et Figure II-2 (b) montrent des micrographies MEB obtenues en mode électron secondaire pour les adhésifs Sikadur 30 et Etacol 492, respectivement. Ces clichés confirment la présence de nombreuses bulles d'air (en blanc). Les charges de l'Etacol 492 sont plus discernables que sur les micrographies optiques et semblent présenter une taille maximale de l'ordre de 50 μm.

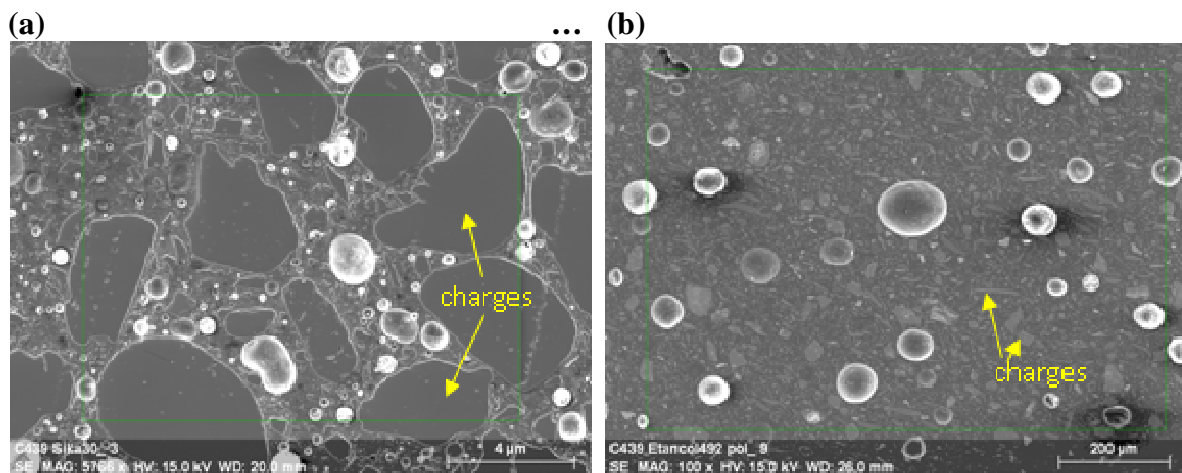


Figure II-2 Micrographies MEB en mode électrons secondaires pour les échantillons polis d'adhésifs Sikadur 30 (a) et Etacol 492 (b).

La Figure II-3 et la Figure II-4 montrent les cartographies EDS des principaux éléments chimiques caractéristiques de la phase organique (C) et des phases minérales les plus courantes : Ca (carbonate de calcium CaCO_3), Si (silice SiO_2), Al (alumine Al_2O_3), Ti (dioxyde de titane TiO_2), Mg (Talc $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ou oxyde de magnésium MgO).

En ce qui concerne l'adhésif Sikadur 30 (Figure II.3), les analyses EDS montrent que:

- la phase organique (identifiée par l'élément carbone) semble minoritaire par rapport à la phase dispersée minérale,
- les particules les plus grossières sont constituées de silice (sable),
- entre ces particules de sable, on détecte des traces de Titane et de Calcium qui mettent en évidence la présence de particules de CaCO_3 et de TiO_2 de taille plus petite.

Dans le cas de l'adhésif Etacol 492 (Figure II.4), les cartographies chimiques indiquent que:

- la fraction de phase organique semble plus élevée que dans le Sikadur30,
- différents éléments Si, Ca, Al, Ti et Mg sont détectés sur la phase dispersée, indiquant que les charges sont constituées d'un mélange de particules de silice, carbonate de calcium, alumine, dioxyde de titane et oxyde de magnésium.

Les principaux résultats issus des analyses micrographiques précédentes sont résumés dans le Tableau II.3 (taille maximale des bulles d'air et des charges, nature des charges).

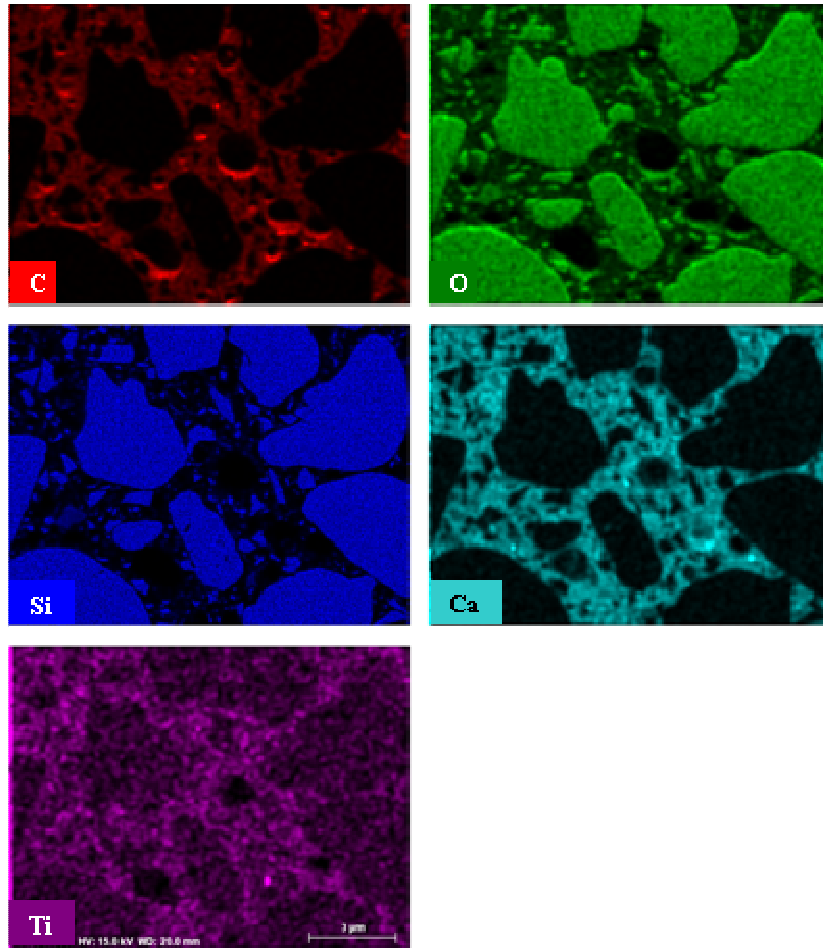


Figure II-3 Cartographies EDS de différents éléments chimiques pour l'adhésif Sikadur 30.

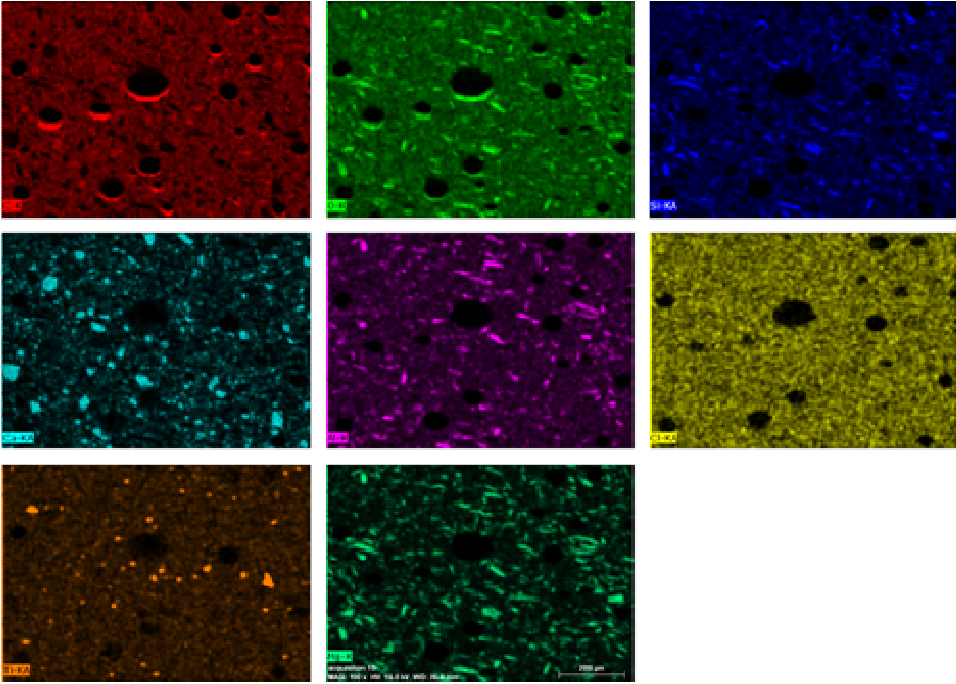


Figure II-4 Cartographies EDS de différents éléments chimiques pour l'adhésif Etacol 492.

Tableau II.3 : Caractéristiques des adhésifs obtenues par analyses micrographiques et EDS.

<i>Systeme</i>	<i>Nature des charges</i>	<i>Taille et forme des particules</i>	<i>Caractéristiques des bulles d'air</i>
Sikadur 30	Sable grossier de silice	< 250 μm ,	Bulles d'air éparées
	Particules fines de TiO_2 et CaCO_3	Forme peu anguleuse	Diamètre < 200 μm
Etancol 492	Mélange de particules minérales (SiO_2 , CaCO_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , MgO)	< 50 μm Forme allongée	Réseau plus dense Diamètre < 350 μm

ii) Détermination des teneurs en charges et extraction des liants

Afin d'évaluer les teneurs en charges dans les composants A et B des deux adhésifs commerciaux, et d'extraire par la même occasion les liants organiques, une séparation de phases a été réalisée par centrifugation en solution dans la méthyl-éthyl cétone (MEC). Cette opération a été effectuée au moyen d'une centrifugeuse Sigma R PK de la marque Fischer Bioblock, avec une vitesse de rotation de 15.000 tours/min. Après récupération du surnageant et de la matière pulvérulente, puis élimination du solvant par évaporation en étuve à 60°C pendant 24 heures, on peut alors déterminer les fractions massiques de liant et de charges. Notons que ces teneurs sont exprimées en pourcentage par rapport à la masse initiale de produit avant centrifugation. En raison des incertitudes de mesures et des pertes éventuelles de matière lors de la centrifugation, la somme des teneurs en liant et en charges peut être différente de 100%.

Le Tableau II.4 rapporte les fractions massiques de liant et de matière pulvérulente (charges) déterminées expérimentalement pour les composants A et B des deux systèmes. Les teneurs globales dans les mélanges A + B sont ensuite déduites par calcul en considérant les rapports de mélange indiqués par le fabricant. Il ressort que la teneur en charges de l'adhésif Sikadur 30 est voisine de 80% en masse, et qu'elle est nettement supérieure à celle de l'Etancol 492, de l'ordre de 60% en masse. Ces résultats sont en accord avec les observations micrographiques précédentes et sont également cohérents avec les caractéristiques mécaniques mentionnées par les fabricants. En effet, les fiches techniques indiquent un module d'élasticité plus élevé pour le système le plus chargé, à savoir le Sikadur 30, que pour l'Etancol 492 (modules en traction de 11,2 et 4,9 GPa, respectivement).

Tableau II.4: Teneurs en charges et en liant organique dans les deux adhésifs commerciaux étudiés (moyennes et écart-types sur 6 déterminations).

<i>Système</i>	<i>Composant</i>	<i>Teneur en liant (% massique)</i>	<i>Teneur en charges (% massique)</i>
Sikadur 30	A	18,4 ± 0,8	79,7 ± 0,4
	B	15,4 ± 0,8	85,2 ± 0,9
	Mélange A+B (rapport 3/1)	17,7	81,1
Etancol 492	A	48 ± 2	52 ± 2
	B	31 ± 2	68 ± 2
	Mélange A+B (rapport 1/1)	39	60

De manière générale, les adhésifs destinés au collage de lamelles composites comportent des taux de charges élevés qui leur confèrent une viscosité élevée et un comportement thixotropique, conditions indispensables pour le maintien en place des renforts collés sur les supports béton lors de la mise en œuvre. La forte rigidité de ces adhésifs est également adaptée à celle des lamelles pultrudées unidirectionnelles, ces dernières pouvant être constituées de 70% en masse de fibres de carbone.

Par ailleurs, on peut présupposer que les charges minérales jouent également un rôle non négligeable sur le comportement viscoélastique ou en fluage des adhésifs. Ce point sera abordé plus loin dans ce chapitre. En effet, les liants qui ont été extraits des composés A et B des deux adhésifs commerciaux seront utilisés pour fabriquer des éprouvettes d'adhésifs dépourvues de charges minérales et destinées à des caractérisations mécaniques ultérieures dans le domaine viscoélastique et en fluage. Ces échantillons serviront de référence par rapport aux échantillons d'adhésifs « chargés » et permettront ainsi de mieux appréhender les rôles respectifs joués par les caractéristiques du liant polymère et par les charges minérales.

II.1.3 Préparation des échantillons

En vue de réaliser les différents essais de caractérisations physico-chimique et mécanique des adhésifs à partir d'un seul type d'échantillon, des éprouvettes spécifiques ont été fabriquées. Il s'agit d'éprouvettes haltères dont les dimensions correspondent au type 5A décrit par la norme NF-EN ISO 527-2 (Figure II-5), mise à part l'épaisseur qui est ici de 1mm au lieu des 2mm indiqués par la norme. Cette valeur est représentative de l'épaisseur effective des joint collés lamelles composites / béton habituellement observée sur chantier ; elle permet également d'obtenir une section d'éprouvette suffisamment réduite pour pouvoir solliciter les échantillons jusqu'à la rupture sur un DMA (Analyseur Mécanique Dynamique ou spectromètre mécanique) équipé d'une cellule de force de 150 N.

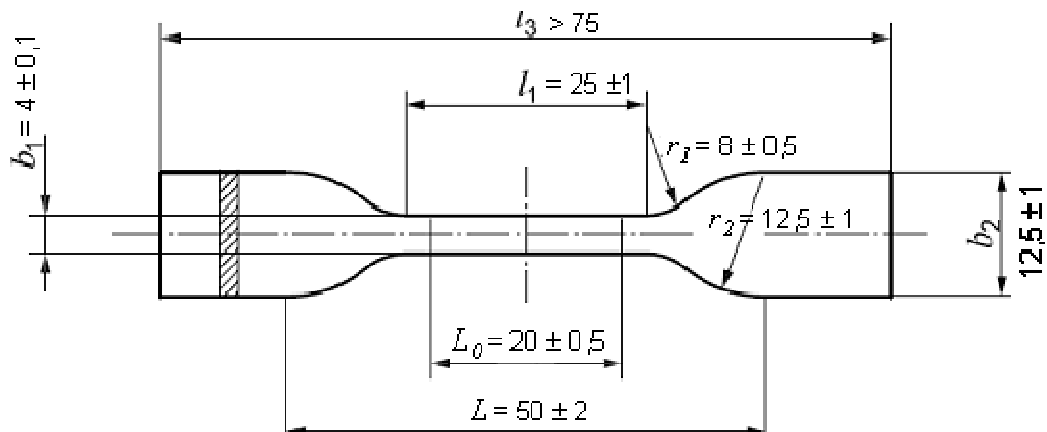


Figure II-5 Dimensions des éprouvettes (en mm) d'après la norme N-EN ISO 527-2 (type 5A).

Les éprouvettes d'adhésifs ont été fabriquées par moulage selon la procédure suivante :

- une préforme (Figure II-6(a)) est d'abord fabriquée en poinçonnant une feuille de téflon d'épaisseur 1 mm au moyen du poinçon ad-hoc fixé sur une presse,
- deux plaques de plexiglas recouvertes d'un revêtement anti-adhérent (bytac) sont préparées pour faire office de moule et contre-moule (Figure II-6 (b)). La préforme en téflon est disposée sur le moule, puis fixée au moyen de pinces à dessin (Figure II-6 (c)).
- l'adhésif (mélange stœchiométrique des composants A et B) est alors appliqué à l'aide d'une spatule de manière remplir la partie centrale de la préforme (Figure II-6 (d)). Après avoir retiré les pinces latérales, le contre moule est appliqué sur l'adhésif. Les

pincettes sont ensuite réinstallées de manière à appliquer une pression et confiner l'adhésif (Figure II-6 (d)).

- après 24 h de polymérisation dans les conditions standard (21°C, 50% H.R.), les éprouvettes sont finalement démoulées (Figure II-6 (e)). Si nécessaire, un ébarbage léger est réalisé au papier abrasif très fin. Les éprouvettes sont alors stockées en laboratoire dans les conditions standard en attendant les caractérisations ultérieures ; un délai minimum de 1 mois est respecté entre les dates de fabrication et de caractérisation pour permettre d'avancer la polymérisation.

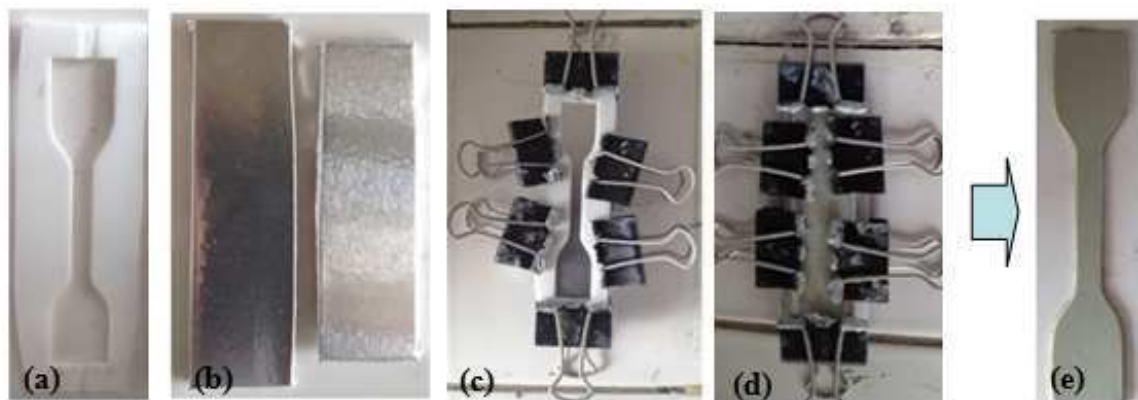


Figure II-6 Procédure de fabrication des échantillons : préforme en téflon (a), moule et contre-moule (b), fixation de la préforme sur le moule (c), application de l'adhésif et fermeture du contre-moule (d), aspect des éprouvettes après polymérisation/démoulage (e).

Soulignons que deux séries d'éprouvettes ont été réalisées :

- l'une à partir des adhésifs commerciaux Sikadur 30 et Etacol 492,
- l'autre à partir des liants organiques extraits des composants A et B de ces mêmes adhésifs (Cf. paragraphe II.1.2), de manière à obtenir des éprouvettes de polymère ne comportant pas de charges minérales. Dans ce cas, le rapport de mélange massique des liants extraits des parties A et B doit être recalculé afin de conserver la stœchiométrie du système.

II.1.4 Etude de la transition vitreuse et des caractéristiques viscoélastiques des adhésifs au voisinage de T_g

i) Etude de la transition vitreuse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Principe de la technique :

La calorimétrie différentielle à balayage ou DSC est couramment employée pour quantifier les phénomènes endo- ou exothermiques associés aux transitions de phases des polymères ou à leurs transformations chimiques. Son principe consiste à mesurer le flux de chaleur (dH/dT) nécessaire pour maintenir le matériau à la même température qu'une référence inerte, les deux échantillons étant soumis simultanément à une rampe de température linéaire. Dans le cas des polymères thermodurcissables, cette technique permet de détecter le saut de chaleur spécifique associé à la transition vitreuse (changement de pente endothermique sur le thermogramme) et d'en déduire la température de transition vitreuse (T_g).

La DSC modulée (ou MDSC) est une variante de la technique dans laquelle une modulation de température (signal harmonique) est superposée à la rampe de température linéaire appliquée à l'échantillon : $T(t) = T_0 + a.t + b.\cos(2\pi t/\tau)$, où a est la vitesse linéaire de chauffe ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$), b et τ sont respectivement l'amplitude (en $^{\circ}\text{C}$) et la période (en s) de la modulation. Le signal mesuré ou flux de chaleur peut alors être décomposé en deux parties :

$$dH/dt = C_p dT/dt + f(t, T) \quad (\text{II.1})$$

où

$C_p dT/dt$ est la partie réversible du flux de chaleur qui caractérise les phénomènes réversibles comme la transition vitreuse, C_p étant la chaleur spécifique du matériau,

$f(t,T)$ est la partie non réversible du flux de chaleur qui caractérise les réactions irréversibles (réactions chimiques, évaporation de solvant, réticulation,...).

La MDSC permet donc de dissocier les 2 types de phénomènes, réversibles et irréversibles, même s'ils se produisent simultanément. La T_g peut être identifiée sans ambiguïté sur le signal réversible, en déterminant le point d'inflexion de la courbe au niveau du saut de chaleur spécifique caractéristique de la transition vitreuse. Pour cette étude, les essais ont été réalisés au moyen d'une DSC modulée Q100 de TA Instruments, selon le protocole suivant : vitesse de chauffe linéaire de $1,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, modulation de température avec amplitude de $0,5^{\circ}\text{C}$ et période de 60s. Ces caractérisations sont réalisées sur des échantillons de 3 à 5 mg prélevés sur les éprouvettes haltères d'adhésifs décrites dans le paragraphe précédent.

Résultats expérimentaux :

La Figure II-7 présente les thermogrammes obtenus pour les deux adhésifs commerciaux Sikadur 30 et Etacol 492 (Figure II-7 (a)), ainsi que ceux déterminées pour les adhésifs non chargés préparés à partir des liants organiques extraits (Figure II-7 (b)).

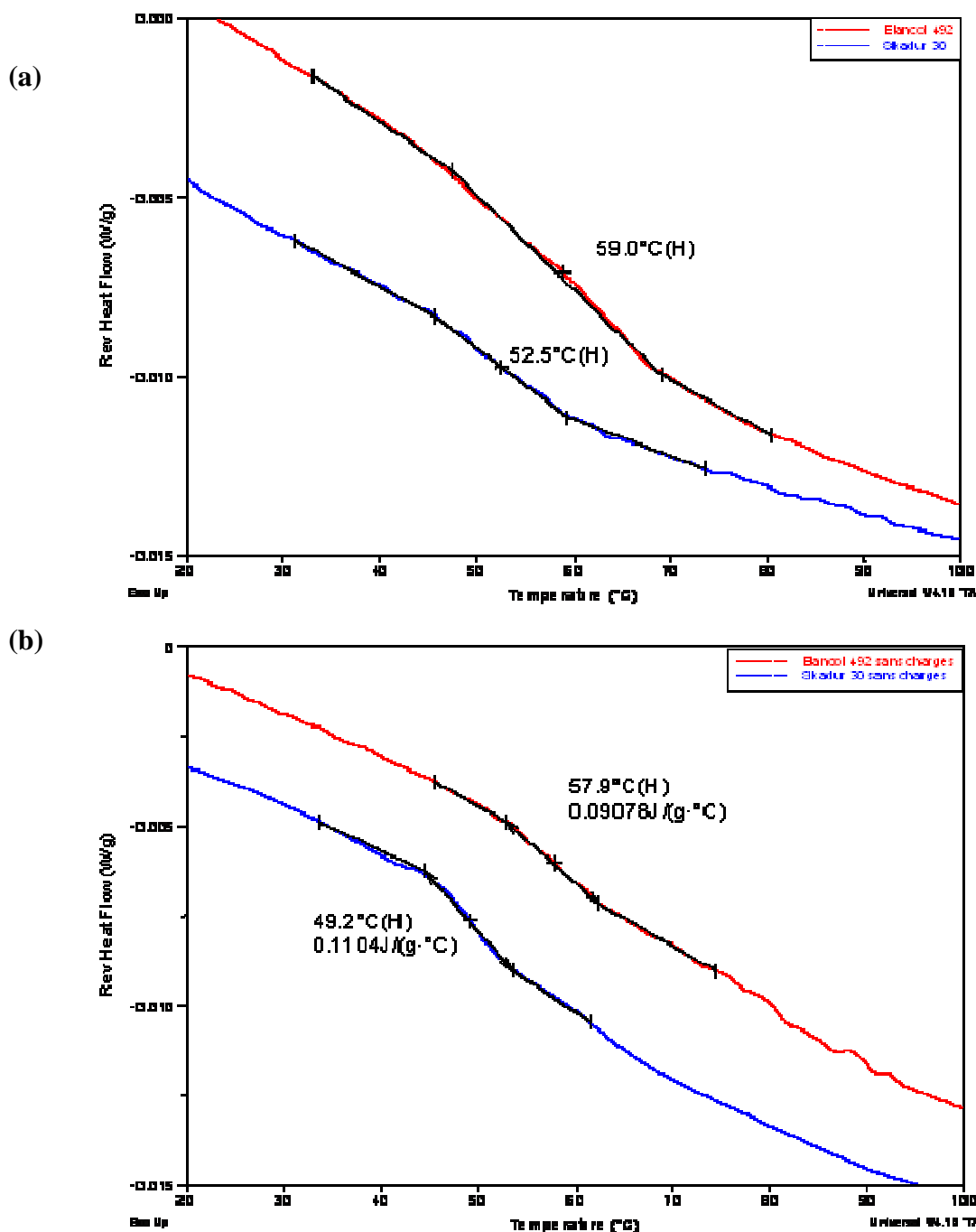


Figure II-7 Thermogrammes MDSC (signaux réversibles) obtenus pour les deux adhésifs commerciaux (a) et les matrices non chargées extraites de ces systèmes (b). Les T_g sont indiquées sur les courbes, ainsi que les sauts de chaleur spécifique ΔC_p (en $J \cdot g^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$) pour les adhésifs non chargés.

Les analyses fournissent des T_g de $52,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$ et $59 \pm 2^\circ\text{C}$ pour les échantillons d'adhésifs Sikadur 30 et Etacol 492, respectivement (moyennes et écart-types sur 3 mesures). On notera que :

- la T_g de l'adhésif Sikadur 30 est nettement inférieure à celle indiquée par le fabricant (62°C après 7 jours de polymérisation à 45°C), ce qui peut aisément s'expliquer par le fait que nos échantillons ont été polymérisés à température ambiante en laboratoire. La température de polymérisation joue en effet un rôle prépondérant sur la cinétique de réaction et sur la T_g que peut atteindre l'adhésif. Il ne semble d'ailleurs pas totalement pertinent d'afficher une valeur de T_g après polymérisation à 45°C alors que ce système est destiné à une polymérisation à l'ambiante sur les chantiers européens.
- la T_g obtenue pour l'Etacol 492 est sensiblement supérieure à celle affichée par le fabricant ($54 \pm 2^\circ\text{C}$), mais ce dernier ne précise pas les conditions de cure de ses échantillons. Par ailleurs la T_g mesurée pour l'Etacol 492 est supérieure d'environ 7°C à celle des échantillons de Sikadur 30 polymérisés dans les mêmes conditions.

En ce qui concerne les échantillons d'adhésifs non chargés extraits des systèmes Sikadur 30 et Etacol 492, nous avons déterminé des valeurs de T_g voisines de 49°C et 58°C , respectivement. On note que ces valeurs sont assez proches de celles déterminées précédemment sur les systèmes chargés équivalents, ce qui indiquerait que la procédure utilisée pour l'extraction des liants affecte peu leur réactivité. Par ailleurs, la matrice extraite de l'Etacol 492 présente non seulement une T_g nettement supérieure à celle de la matrice extraite du Sikadur 30, mais également une valeur du saut de chaleur spécifique ΔC_p plus faible. Ces éléments pourraient indiquer un degré de réticulation du polymère plus élevé dans le système Etacol 492 que dans le système Sikadur 30, pour des conditions de cure équivalentes. Ces différences seraient liées aux formulations spécifiques des deux adhésifs, et en particulier à la nature des durcisseurs utilisés.

ii) Caractéristiques viscoélastiques au voisinage de la transition vitreuse

Principe de la spectrométrie mécanique dynamique :

Les deux adhésifs commerciaux étudiés contiennent chacun une phase polymère qui leur confère un comportement viscoélastique. Lorsque ces matériaux sont soumis à une sollicitation mécanique extérieure, leur réponse comporte une composante purement élastique et une

composante visqueuse dissipative et dépendante du temps. Ce comportement particulier peut être étudié par spectrométrie mécanique dynamique (ou DMA pour dynamical mechanical analysis).

Le principe de la spectrométrie mécanique dynamique consiste à appliquer une déformation harmonique ε^* (de très faible amplitude $\sim 10^{-4}$) à une fréquence donnée, et à analyser la réponse en contrainte σ^* de l'échantillon, et en particulier l'angle de déphasage δ entre contrainte et déformation complexes. On accède alors au module complexe du matériau, défini par $E^* = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*} = E' + iE''$, où E' représente le module de conservation relatif à l'énergie accumulée sous forme élastique réversible, et E'' représente le module de perte traduisant l'énergie dissipée par frottement visqueux interne.

Le facteur d'angle de perte $\tan\delta$, défini par le rapport $\frac{E''}{E'}$, caractérise l'amortissement du matériau et peut être directement corrélé au degré de mobilité des chaînes macromoléculaires du polymère. Son évolution en fonction de la température permet d'identifier les relaxations mécaniques associées soit à la mobilité localisée de segments de chaînes, soit à la mobilité à grande distance des chaînes au voisinage de T_g . La relaxation principale α , associée au phénomène de transition vitreuse, s'accompagne de modifications importantes des propriétés viscoélastiques :

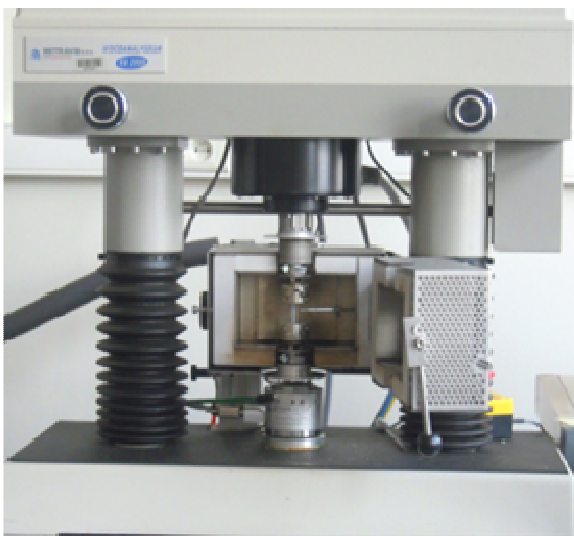
- une chute de plusieurs décades est généralement observée sur le spectre du module E' , traduisant le passage de l'état vitreux rigide à un état caoutchoutique souple,
- on observe l'apparition d'un pic sur le spectre de $\tan\delta$, qui traduit la mobilité généralisée des chaînes du polymère. La température de relaxation α , notée $T\alpha$, est identifiée au sommet du pic de $\tan\delta$; cette température est généralement différente de la T_g thermodynamique mesurée par DSC (en général $T\alpha > T_g$) en raison des fréquences de sollicitation élevées utilisées en DMA.

L'appareil utilisé dans le cadre de cette étude est un viscoanalyseur VA2000 de la société Metravib (Figure II-8). Les essais ont été réalisés sur des échantillons de dimensions 1mm x 4mm x 30mm obtenus à partir des éprouvettes haltères décrites dans le paragraphe II.1.3, en découpant les talons et en ne gardant que la partie centrale calibrée. Ces échantillons ont été testés selon un mode de sollicitation sinusoïdal de type traction/compression, avec un déplacement imposé d'amplitude $\pm 10 \mu\text{m}$.

Deux types d'essais dynamiques ont été effectués :

- des analyses en mode isochrone à une fréquence de sollicitation unique de 1Hz, consistant à enregistrer les spectres de E' et $\tan\delta$ au cours d'une rampe linéaire de température de -150 jusqu'à 150°C avec une vitesse de chauffe de 2°C/min. Ces essais permettent d'évaluer la $T\alpha$ et la chute de module E' dans la zone de transition vitreuse,
- des essais en mode isotherme, consistant à se placer à différents paliers constants de température entre 20 et 130°C, et à enregistrer les variations de E' et $\tan\delta$ lorsque l'on fait varier la fréquence de sollicitation entre 1 et 100Hz sur chacun de ces palier de température. Ce type d'essai permet d'analyser le comportement viscoélastique du matériau selon l'approche WLF (Williams-Landel-Ferry).

En dehors des analyses dynamiques, le viscoanalyseur VA2000 permet également de réaliser des tests statiques, comme des essais de traction jusqu'à la rupture ou des essais de fluage (avec le même type d'éprouvette). Ces possibilités seront également exploitées dans la suite de l'étude.



(a)



(b)

Figure II-8 Photographie du viscoanalyseur Metravib VA2000 (a) et détail du four et du dispositif de sollicitation de l'échantillon en mode traction-compression (b).

Caractérisation en mode isochrone :

La Figure II-9 présente les spectres isochrones à 1Hz du module E' et de $\tan\delta$ pour les deux adhésifs Etancol 492 et Sikadur 30, et pour les matrices extraites de ces systèmes. Les principales caractéristiques déterminées à partir de ces spectres sont reportées dans le Tableau II.5.

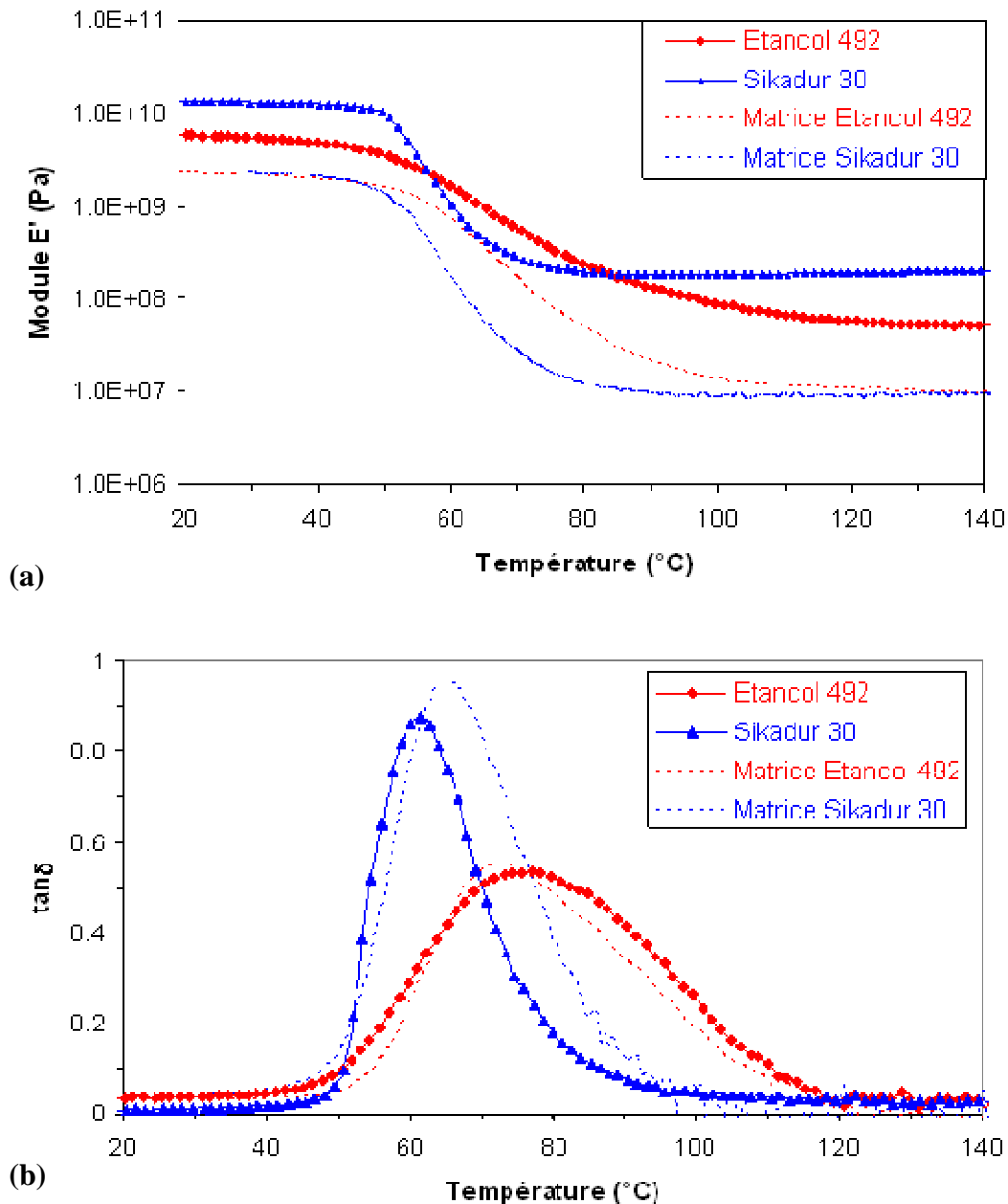


Figure II-9 Spectres isochrones à 1Hz du module E' (a) et de $\tan\delta$ (b) pour les adhésifs Sikadur 30 et Etancol 492, et les matrices extraites de ces systèmes.

Tableau II.5 : Principales caractéristiques des spectres viscoélastiques pour les adhésifs et leurs matrices extraites.

<i>Matériau</i>	<i>Module vitreux E' à 30°C (Pa)</i>	<i>Module caoutchoutique E' à 130°C (Pa)</i>	<i>Tα (°C)</i>	<i>tanδ_{max}</i>	<i>Largeur pic de tanδ à mi-hauteur (°C)</i>
Sikadur 30	13.10 ⁹	198.10 ⁶	62	0,88	17
Etancol 492	5,5.10 ⁹	54.10 ⁶	75	0,53	40
Matrice Sikadur 30	2,3.10 ⁹	9,8.10 ⁶	64	0,95	22
Matrice Etancol 492	2,1.10 ⁹	10,2.10 ⁶	74	0,55	33

En ce qui concerne les adhésifs commerciaux Sikadur 30 et Etancol 492, il ressort que :

- les deux systèmes présentent tous deux une chute du module E' d'environ 2 décades au passage de la transition vitreuse. Cependant le système Sikadur 30 présente des modules vitreux et caoutchoutique nettement plus élevés que ceux de l'Etancol 492 ; ces écarts importants proviennent essentiellement des différences de teneurs en charges minérales contenues dans les deux systèmes (Cf. paragraphe II.1.2.2.),
- sur les spectres de $\tan\delta$, on note essentiellement que l'adhésif Etancol 492 présente une $T\alpha$ nettement plus élevée que celle du Sikadur 30 (de l'ordre de 12°C), en accord avec les écarts de Tg déjà observés précédemment par DSC.

Dans le cas des matrices extraites des deux systèmes, il apparaît que :

- l'on conserve une chute de module voisine de 2 décades au passage de la transition vitreuse, mais les modules vitreux et caoutchoutiques des deux matrices extraites sont ici très proches. Ceci confirme que les écarts de modules observés précédemment sur les adhésifs chargés provenaient bien des taux de charges différents des deux systèmes,
- on retrouve sensiblement le même écart de $T\alpha$ entre les deux matrices extraites que celui observé pour les systèmes chargés. Par ailleurs, la matrice extraite du système Etancol 492 présente une amplitude du pic de $\tan\delta$ (notée $\tan\delta_{max}$) nettement plus faible que celle de l'autre matrice. Ces éléments plaident en faveur d'une densité de réticulation plus élevée dans la matrice extraite de l'Etancol 492. En revanche, la relaxation α s'étend sur un intervalle de température plus large pour cette matrice,

comme en témoigne la largeur à mi-hauteur du pic de $\tan\delta$, ce qui traduirait une moindre homogénéité du réseau époxy. Ceci est généralement observé pour les adhésifs ayant une formulation complexe, notamment lorsque le durcisseur est constitué d'un mélange polyfonctionnel comme pour l'Etacol 492 (polyamides et amines) [CHI 10].

Cette analyse montre que les caractéristiques élastiques des deux adhésifs commerciaux sont principalement corrélées aux taux de charges de ces systèmes, tandis que les caractéristiques dissipatives dépendent plutôt des propriétés du réseau époxy (et donc de la formulation des liants organiques contenus dans les composants A et B). Les deux matrices extraites se distinguent essentiellement par une différence de $T\alpha$ qui pourrait être associée à des densités de réticulation différentes, et par des différences d'homogénéité du réseau époxy.

Caractérisation en mode isotherme – Approche WLF :

Nous avons également analysé le comportement isotherme des deux matrices extraites en appliquant le principe d'équivalence temps-température énoncé par Williams-Landel-Ferry. Des échantillons des deux matrices extraites du Sikadur30 et de l'Etacol 492 ont été caractérisés en conditions isothermes avec des fréquences de sollicitations comprises entre 1 et 100 Hz, et à des températures comprises entre 25°C et 130°C.

A titre d'illustration, la Figure II-10 montre les évolutions de module de conservation E' et de $\tan\delta$ en fonction de la fréquence et aux différents paliers de températures pour la matrice extraite du Sikadur 30. Des courbes comparables ont été obtenues pour la seconde matrice extraite.

Les courbes maîtresses en E' et $\tan\delta$ ont ensuite été construites par translation horizontale des courbes isothermes le long de l'axe des fréquences (Figure II-11 et Figure II-12). Des températures de référence de 64 °C et de 82 °C, proches des $T\alpha$ déterminées précédemment par essais isochrones, ont respectivement été choisies pour les matrices extraites du Sikadur 30 et de l'Etacol 492.

La relation WLF permet également d'exprimer ces facteurs de glissement horizontaux sous la forme suivante [WIL 55] :

$$\log(a_T) = \frac{-C_1(T - T_0)}{C_2 + (T - T_0)} \quad (\text{II.2})$$

où C_1 et C_2 sont deux constantes empiriques et T_0 est la température de référence (en Kelvin).

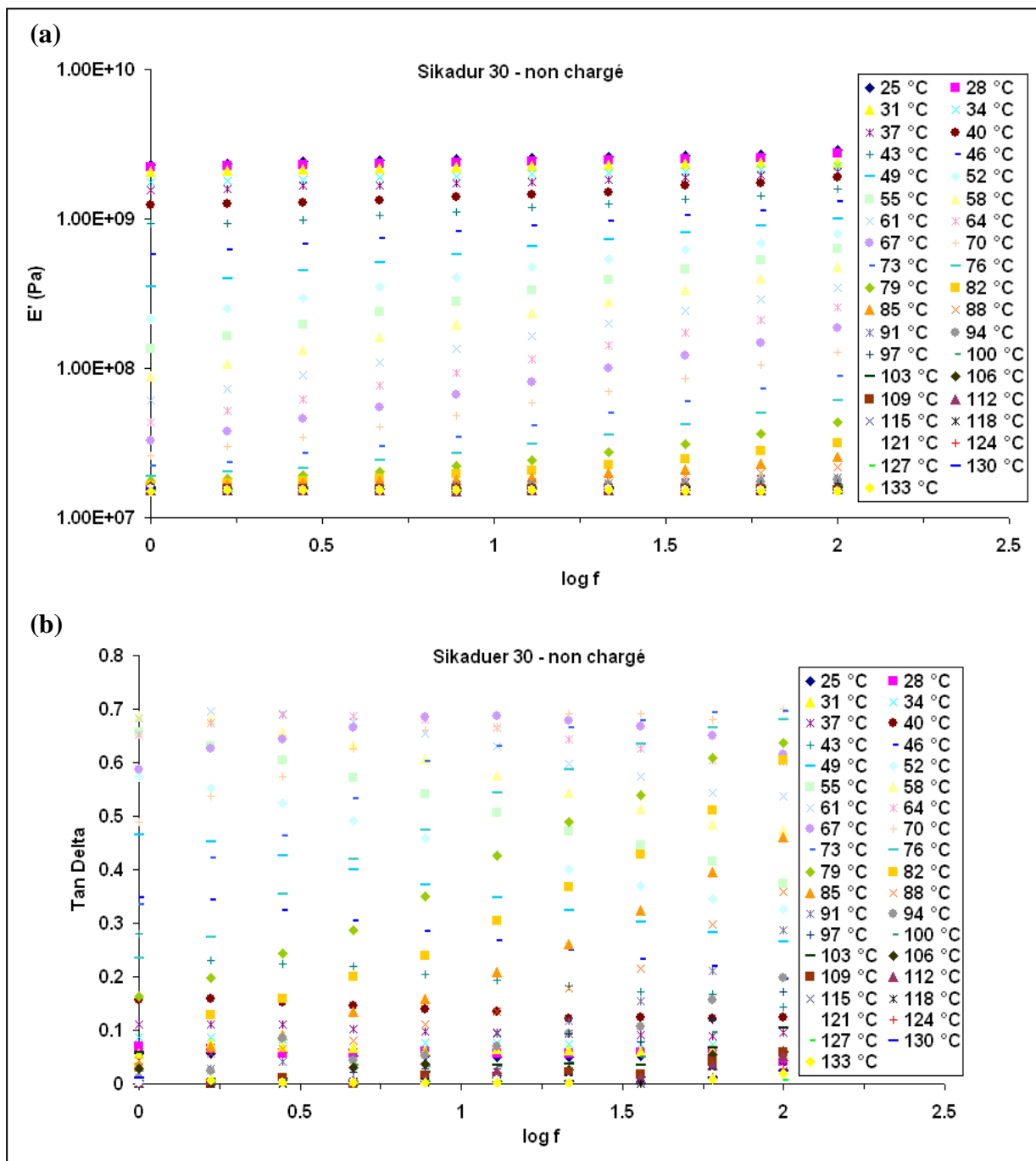


Figure II-10 Evolutions de E' (a) et $\tan\delta$ (b) en fonction de la fréquence de sollicitation à des températures comprises entre 25°C et 133°C, et pour la matrice extraite du Sikadur 30.

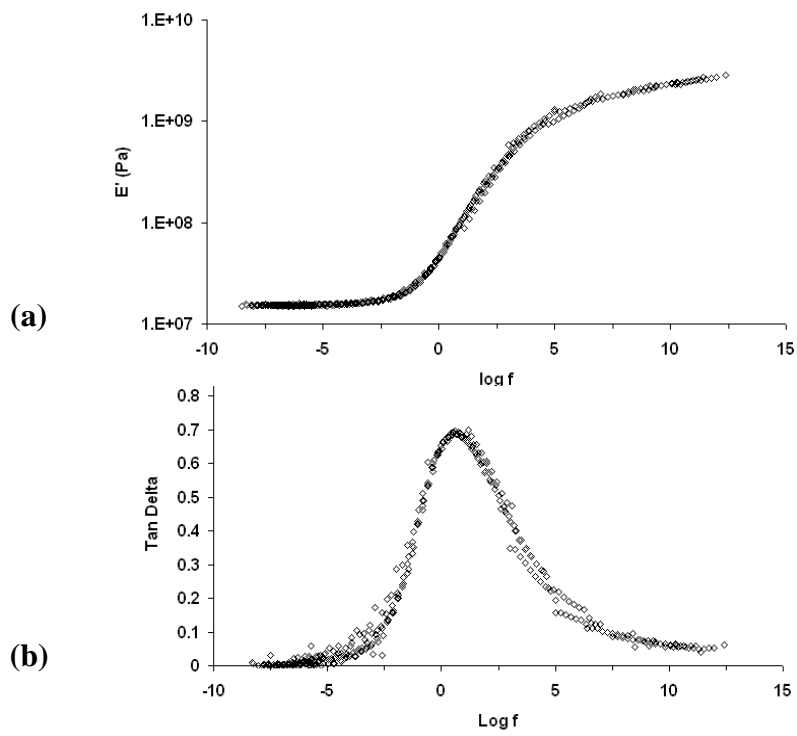


Figure II-11 Courbes maîtresses en E' (a) et $\tan \delta$ (b) de la matrice extraite du Sikadur 30, pour une température de référence de 64°C .

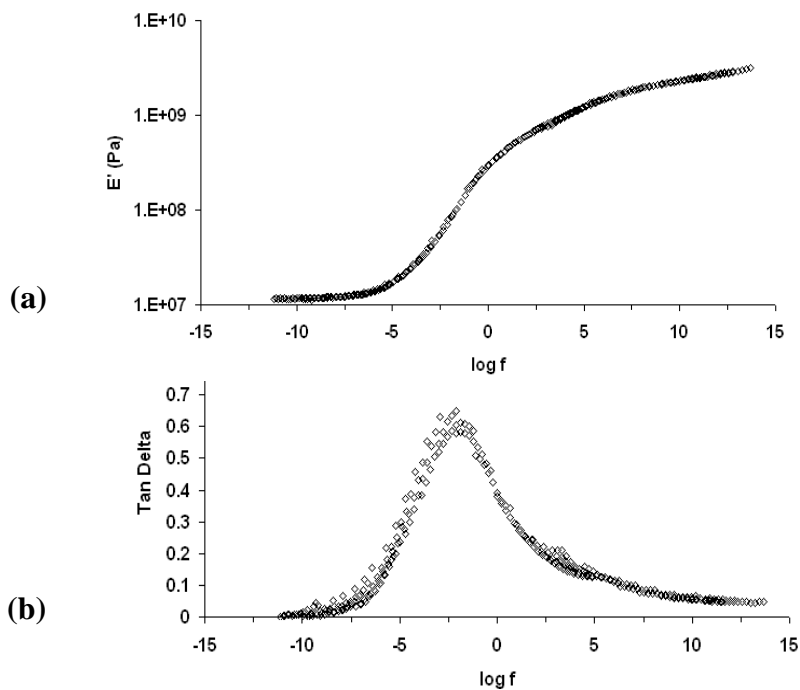


Figure II-12 Courbes maîtresses en E' (a) et $\tan \delta$ (b) de la matrice extraite de l'Etacol 492, pour une température de référence de 82°C .

La Figure II-13 présente les évolutions des coefficients de translation expérimentaux $\log(a_T)$ en fonction de la température relative $(T-T_\alpha)$ pour les deux matrices extraites. En faisant coïncider au mieux les courbes expérimentales et théoriques (WLF), nous avons pu déterminer les coefficients C_1 et C_2 pour les deux matériaux. Les valeurs obtenues sont reportées dans le Tableau II.6.

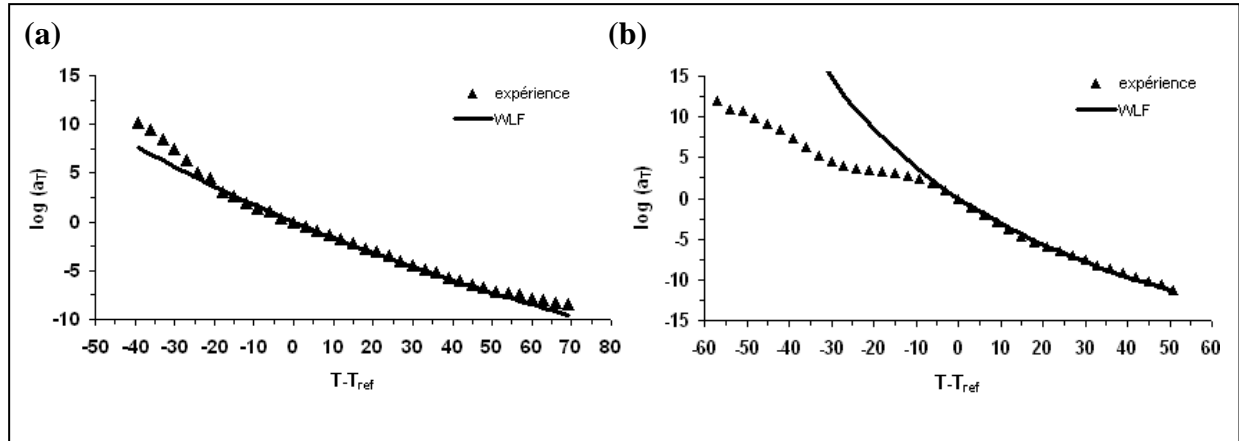


Figure II-13 Evolution expérimentale et simulée par l'équation WLF des coefficients de translations en fonction de la température relative pour les deux matrices extraites du Sikadur 30 (a) et de l'Etancol 492 (b).

La comparaison des courbes expérimentales et théoriques permet de constater que la loi WLF est valable dans un domaine restreinte de température, de $T_\alpha - 15^\circ\text{C}$ à $T_\alpha + 50^\circ\text{C}$ pour la matrice extraite du Sikadur 30, et de $T_\alpha - 5^\circ\text{C}$ à $T_\alpha + 50^\circ\text{C}$ pour le système Etancol 492 non chargé. L'énergie d'activation apparente de la relaxation principale peut être déterminée par la relation suivante :

$$E_a(T) = R \cdot \frac{d(\ln a_T)}{d\left(\frac{1}{T}\right)} = 2.303 \cdot R \cdot \frac{d(\log a_T)}{d\left(\frac{1}{T}\right)} \quad (\text{II.3})$$

Selon le formalisme de Williams-Landel-Ferry, cette énergie d'activation peut donc être exprimée par :

$$E_a(T) = R \cdot \frac{d(\ln a_T)}{d\left(\frac{1}{T}\right)} = 2.303 \cdot R \cdot T^2 \cdot \frac{C_1 \cdot C_2}{(C_2 + T - T_0)^2} \quad (\text{II.4})$$

Pour $T = T_0 = T_\alpha$, nous obtenons alors :

$$E_a(T_\alpha) = 2.303 \cdot R \cdot T_\alpha^2 \cdot \frac{C_1}{C_2} \quad (\text{II.5})$$

Les paramètres C_1 et C_2 déterminées pour $T_0 = T_\alpha$ nous permettent de calculer la fraction de volume libre f_α à T_α , et le coefficient d'expansion thermique de la fraction de volume libre α_f , à partir des relations :

$$C_1 = \frac{B}{2.3 \cdot f_\alpha} \quad \text{et} \quad C_2 = \frac{f_\alpha}{\alpha_f} \quad (\text{II.6})$$

Avec B une constante de l'ordre de 1.

L'ensemble des grandeurs déterminées à partir de l'approche WLF est répertorié dans le Tableau II.6.

Tableau II.6: Grandeurs caractéristiques issues de l'analyse WLF pour les matrices extraites des adhésifs Sikadur 30 et Etancol 492.

<i>Matériau</i>	$T_\alpha = T_0$ (°C)	C_1 (K)	C_2 (K)	E_α à T_α (kJ/mole)	f_α	α_f (K ⁻¹)
Matrice extraite de l'adhésif Sikadur 30	64	51	300	367	$8,5 \cdot 10^{-3}$	$2,8 \cdot 10^{-5}$
Matrice extraite de l'adhésif Etancol 492	82	35	100	845	$1,2 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$

L'analyse WLF fournit une énergie d'activation apparente de la relaxation α nettement plus élevée pour la matrice extraite du système Etancol 492 que pour celle extraite de l'adhésif Sikadur 30. Ce résultat suggère une mobilité moléculaire plus faible, et donc un degré de réticulation plus élevé, pour la matrice de l'Etancol 492.

II.1.5 Caractérisations mécaniques par essais de traction

Les propriétés à la rupture des adhésifs ont également pu être déterminées au moyen du viscoanalyseur METRAVIB VA2000. Des échantillons identiques à ceux utilisés précédemment en mode dynamique ont été caractérisés en traction quasi-statique avec une vitesse de déplacement imposée de 2mm/min. Ces essais ont été réalisés à différentes températures comprises entre 25 et 45°C afin d'évaluer l'influence de la température sur les propriétés mécaniques à la rupture.

Les courbes de traction des adhésifs Sikadur 30 et Etancol 492 sont présentées sur les

Figure II-14 (a) et (b), respectivement. Le Tableau II.7 récapitule l'ensemble des propriétés en traction (module de Young, contrainte et déformation à la rupture) déterminées aux différentes températures d'essai pour les deux adhésifs commerciaux. Les valeurs mentionnées (moyennes et écarts types) ont été obtenues sur des séries de 5 éprouvettes minimum. Les matériaux ont subi une polymérisation préalable d'une durée de 1 mois minimum en laboratoire (21°C, 50% HR) avant d'être testés.

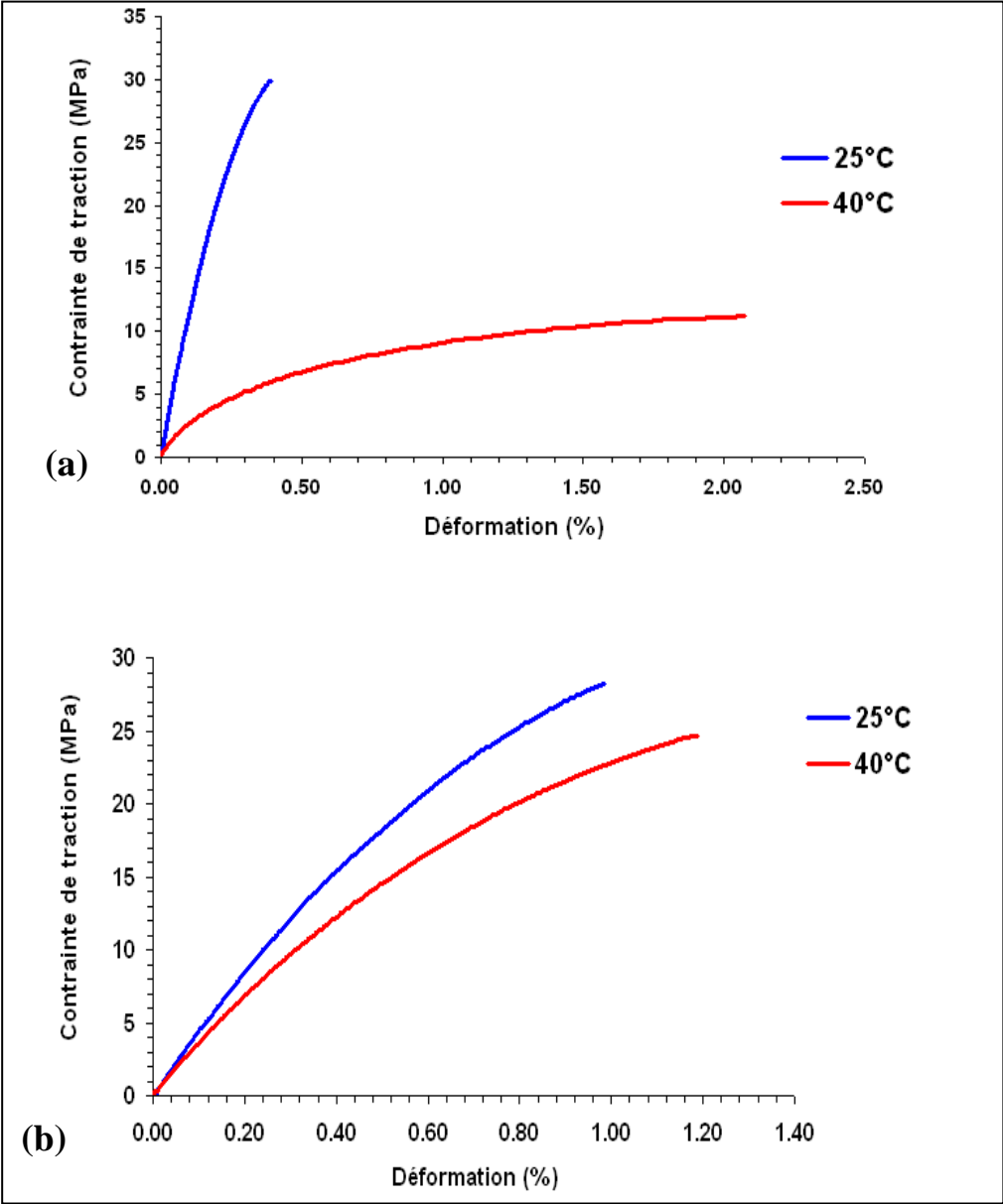


Figure II-14 Diagrammes contrainte-déformation à différentes températures pour les adhésifs Sikadur 30 (a) et Etacol 492(b).

Tableau II.7: Résultats des essais de traction quasi-statique pour les adhésifs commerciaux testés.

<i>Matériaux</i>	<i>Température (°C)</i>	<i>Module d'Young (GPa)</i>	<i>Contrainte à la rupture (MPa)</i>	<i>Déformation à la rupture (%)</i>
Sikadur 30	25	12,8 ± 0.6	30 ± 3	0,36 ± 0,04
	30	11,6 ± 0.6	26 ± 3	0,40 ± 0,03
	40	3,8 ± 0.3	12 ± 1	2.03 ± 0,16
	45	2,7 ± 0.2	10,8 ± 0,5	2,48 ± 0,34
Etanacol 492	25	4,5 ± 0,4	28,3 ± 0,1	1,05 ± 0,11
	40	3,4 ± 0,1	24 ± 2	1,36 ± 0,13

En ce qui concerne les adhésifs Sikadur 30 et Etanacol 492 :

- les résultats à 25°C apparaissent globalement conformes aux données figurant sur les fiches techniques des fabricants, aussi bien pour le module d'Young que pour la contrainte à la rupture,
- à la température de 40°C, on observe une chute importante des propriétés mécaniques du Sikadur 30 (diminutions respectives de 70% et 60% pour le module d'Young et la contrainte à la rupture, accompagnées d'une augmentation de presque 5 fois la déformation à rupture), alors que les propriétés mécaniques de l'Etanacol 492 sont nettement moins affectées (diminutions de 25% et 15% pour le module d'Young et la contrainte à rupture respectivement, accompagnées d'une augmentation légère de la déformation à rupture). Cette différence peut s'expliquer par l'écart entre la température d'essai et la T_g , qui n'est que de 12°C dans le cas du Sikadur 30 et d'environ 20°C dans le cas de l'Etanacol 492 (sur la base des mesures de T_g effectuées par DSC). A 40°C, l'adhésif Sikadur 30 est donc assez proche de sa température de transition vitreuse, et l'augmentation de la mobilité moléculaire entraîne cette chute significative des propriétés mécaniques.

L'ensemble des caractérisations physico-chimiques et mécaniques préalables effectuées sur les adhésifs commerciaux et leurs matrices extraites ont donc permis de mettre en évidence des différences notables entre les deux systèmes sélectionnés dans le cadre de cette thèse :

- il existe d'une part des écarts importants en termes de nature minéralogique et de teneur massique des charges contenues dans les deux formulations, qui affectent significativement la composante conservative du comportement viscoélastique (module E')
- les résultats suggèrent également que les réseaux macromoléculaires des deux matrices époxy (polymérisés dans les mêmes conditions) présentent des densités de réticulations et des degrés d'homogénéité différents, avec des conséquences marquées sur la mobilité des chaînes macromoléculaires au voisinage de T_g (composante dissipative du module E'') et sur l'évolution des propriétés mécaniques à la rupture avec la température d'essai.

Ces spécificités sont également susceptibles de jouer un rôle important sur le comportement en fluage des deux adhésifs. Ce point sera abordé dans la suite du chapitre.

II.2. Comportement en fluage des adhésifs

Ce paragraphe s'attache dans un premier temps à analyser les comportements en fluage des deux adhésifs commerciaux et de leurs matrices extraites, dans le cadre d'essais de fluage de courte durée. Cette analyse permettra de dégager l'influence de quelques paramètres clés, relatifs à la formulation des adhésifs (teneur en charges et caractéristiques du réseau époxy) ou aux conditions d'essai (effet de la température), sur la réponse en fluage des matériaux.

Dans une seconde partie, une approche prédictive s'appuyant à la fois sur une démarche expérimentale et sur une modélisation rhéologique, sera mise en œuvre pour évaluer le comportement en fluage à long terme des deux adhésifs. Ceci permettra d'établir des lois de comportement qui pourront être utilisées dans le chapitre suivant pour modéliser le fluage à long terme des assemblages collés béton/composites.

II.2.1 Analyse du comportement en fluage à court terme

Des essais de fluage de courte durée ont été réalisés sur les systèmes commerciaux et les matrices extraites au moyen du viscoanalyseur Metravib VA2000 déjà présenté au paragraphe

II.1.4. Rappelons en effet que cet appareil n'est pas uniquement un spectromètre mécanique dynamique (DMA), mais qu'il permet également d'effectuer des essais sous chargement statique, notamment en fluage ou en recouvrement.

Les conditions opératoires suivantes ont été utilisées pour ces essais court terme :

- des échantillons parallélépipédiques de 1mm d'épaisseur ont été préparés à partir des éprouvettes haltères précédemment décrites au paragraphe II.1.3, en coupant les talons et en ne conservant que la partie centrale de section constante 4mm x 1mm,
- une sollicitation de fluage en traction de 5 MPa a ensuite été appliquée pendant 30 minutes (1800s) sur ces échantillons. Au cours de l'essai, le déplacement associé au fluage des éprouvettes est mesuré en continu par le capteur de déplacement ultrasensible de l'appareil. Connaissant la longueur libre de l'éprouvette entre les deux mors, il est alors possible de construire la courbe d'évolution de la déformation en fonction du temps,
- ces essais de fluage ont été réalisés à 25°C sur les adhésifs commerciaux et les matrices extraites. Des essais ont également été effectués à 45°C (sur les adhésifs commerciaux uniquement), afin d'évaluer l'influence de la température.

i) Influence des constituants de l'adhésif

Les Figure II-15 (a) et (b) montrent les évolutions expérimentales de la déformation de fluage dans le temps pour le Sikadur 30 et sa matrice extraite, et pour l'Etacol 492 et sa matrice extraite, respectivement (à la température de 25°C et pour une contrainte appliquée de 5 MPa). L'examen des courbes permet de faire les observations qualitatives suivantes :

- les deux matrice extraites présentent des comportements élastiques initiaux (déformations instantanées) très similaires, ce qui est cohérent avec le faible écart entre les modules de conservation à l'état vitreux déterminés par analyses DMA (Cf. paragraphe II.1.4). En revanche, on observe une vitesse de fluage stationnaire (pente de l'asymptote) sensiblement plus faible pour la matrice extraite de l'Etacol 492 que pour celle du Sikadur 30; ceci est également en accord avec la mobilité moléculaire plus faible mise en évidence par DMA pour la matrice de l'Etacol 492,
- les deux systèmes commerciaux présentent globalement des déformations plus faibles que celles des matrices extraites, en raison de la présence des charges minérales. En comparant les deux systèmes entre eux, on note des différences importantes en termes de déformation instantanée initiale (nettement plus importante pour l'Etacol 492, du

fait de son module d'élasticité moins élevé lié à une teneur en charges plus faible), et en termes de vitesse de fluage stationnaire (également plus élevée pour l'Etancol 492). Ce dernier point est contradictoire avec la tendance observée sur les matrices extraites, où la matrice de l'Etancol 492 présente une vitesse de fluage plus faible que celle de la matrice extraite du Sikadur 30. Dans le domaine vitreux à 25°C, la vitesse de fluage des adhésifs commerciaux ne dépendrait donc pas uniquement de la mobilité moléculaire de la matrice, mais également d'autres facteurs propres à la structure de ces adhésifs chargés (interactions entre charges minérales, influence de la porosité,...).

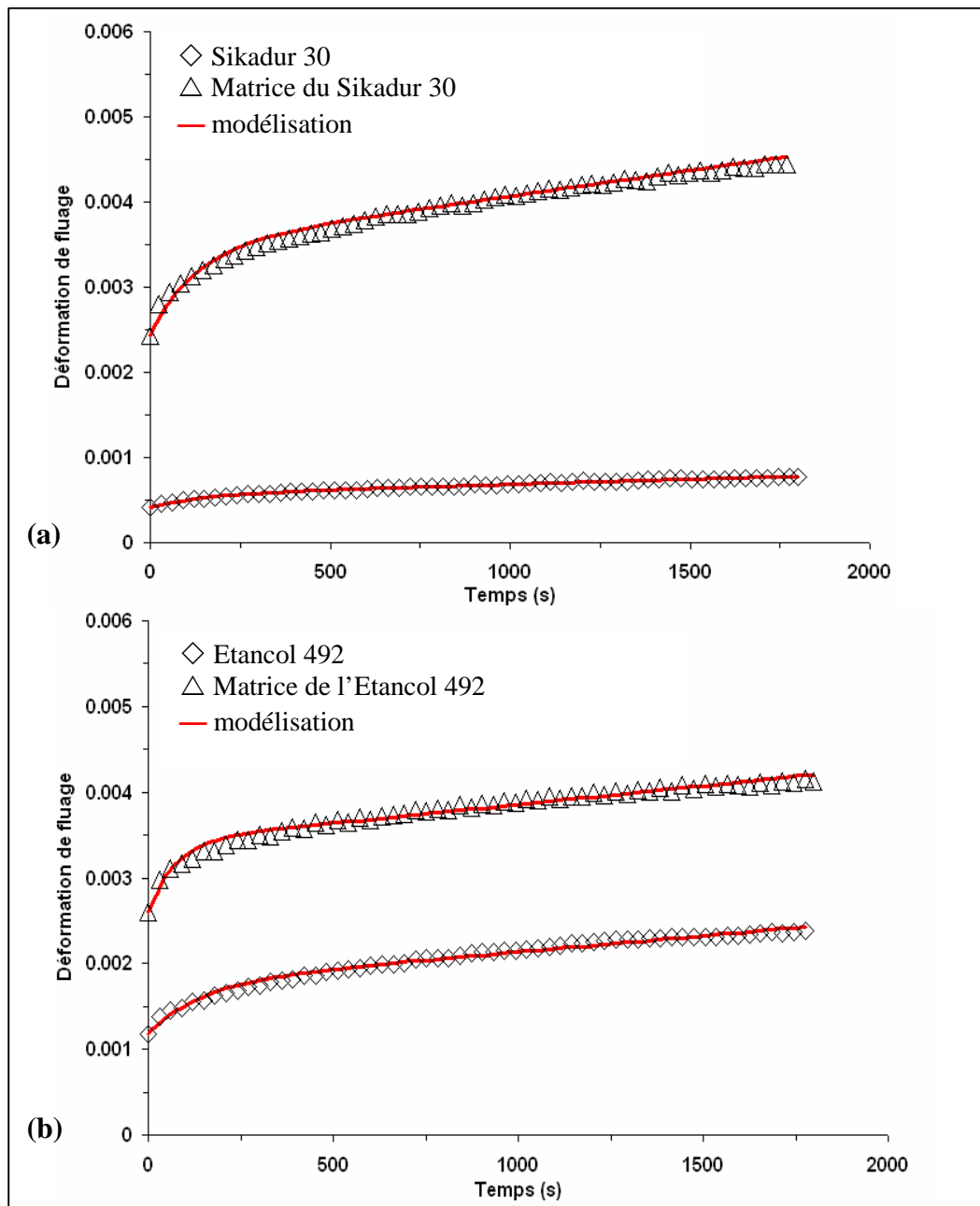


Figure II-15 Evolutions expérimentales et théoriques (modèle de Burgers) de la déformation en fluage à 25°C, pour le Sikadur 30 et sa matrice extraite (a), et pour l'Etancol 492 et sa matrice extraite (b). La contrainte appliquée est de 5 MPa.

Afin d'approfondir cette analyse et d'obtenir des données quantitatives, nous avons également appliqué le modèle rhéologique de Burgers (Cf. paragraphe I.4.2 de l'étude bibliographique) pour décrire le comportement en fluage des adhésifs commerciaux et de leurs matrices extraites. Les coefficients du modèle ont été identifiés en ajustant au mieux les courbes de fluage théoriques avec les évolutions expérimentales (Figure II-15). Le Tableau II.8 rapporte les valeurs obtenues pour ces coefficients. Les deux coefficients les plus influents sont le module E_1 qui gouverne la déformation instantanée lors de la mise en fluage, et la viscosité η_1 qui est inversement proportionnelle à la vitesse de fluage dans la phase de fluage secondaire.

Les valeurs montrent que l'introduction des charges minérales dans la matrice du Sikadur 30 conduit à une forte augmentation de l'ensemble des coefficients élastiques et visqueux du modèle de Burgers (on rappelle que la teneur en charge du Sikadur 30 est ~ 80% en masse). L'introduction des charges dans la matrice de l'Etacol 492 conduit à une augmentation moins marquée des coefficients élastiques, et notamment du module E_1 , en accord avec la teneur en charge plus faible de ce système (~ 60% en masse). On notera surtout que la viscosité η_1 ne varie que très faiblement entre la matrice et l'adhésif chargé, suggérant que la vitesse de fluage est peu affectée par la présence des charges pour ce système. Ces résultats suggèrent donc que :

- les caractéristiques élastiques des adhésifs commerciaux sont fortement dépendantes de la teneur en charges minérales (qui impacte directement le module d'élasticité),
- la vitesse de fluage (dans le régime stationnaire) dépendrait en premier lieu de la mobilité des chaînes macromoléculaires du réseau époxy, mais serait également affectée par les interactions entre particules minérales au-delà d'un certain taux de charges dans l'adhésif (on peut penser à un effet de percolation des charges).

Tableau II.8 : Valeurs des coefficients du modèle de Burgers identifiées à partir des courbes de fluage expérimentales des adhésifs et des matrices extraites (25°C, contrainte de fluage 5 MPa). Les variations indiquées traduisent l'effet de l'introduction des charges dans la matrice.

<i>Matériau</i>	E_1 (GPa)	η_1 (10^3 GPa.s)	E_2 (GPa)	η_2 (10^3 GPa.s)
Matrice extraite de l'adhésif Sikadur 30	$2,4 \pm 0,4$	$7,5 \pm 0,8$	$5,2 \pm 0,4$	$0,67 \pm 0,06$
Sikadur 30	$11,7 \pm 0,9$	51 ± 12	40 ± 8	$5,45 \pm 0,08$
<i>variation</i>	+ 390 %	+ 580 %	+ 670 %	+ 720 %
Matrice extraite de l'adhésif Etacol 492	$2,1 \pm 0,2$	$10,9 \pm 0,9$	$6,05 \pm 0,02$	$0,45 \pm 0,08$
Etacol 492	$4,3 \pm 0,1$	13 ± 1	$8,7 \pm 0,2$	$1,46 \pm 0,07$
<i>variation</i>	+ 105 %	+ 19 %	+ 44 %	+ 225 %

ii) Influence de la température

Afin de mieux cerner l'influence de la température sur le comportement en fluage des deux adhésifs commerciaux, des essais de fluage court terme ont également été réalisés à 45°C (la contrainte appliquée restant fixée à 5 MPa). On notera que cette température de 45°C est assez proche de la température de transition vitreuse du Sikadur 30 déterminée précédemment par DSC ($T_g \sim 50^\circ\text{C}$).

La Figure II-16 permet de comparer les évolutions expérimentales de la déformation de fluage en fonction du temps obtenues aux températures de 25°C et 45°C, pour les systèmes commerciaux Sikadur 30 (Figure II-16 (a)) et Etacol 492 (Figure II-16 (b)).

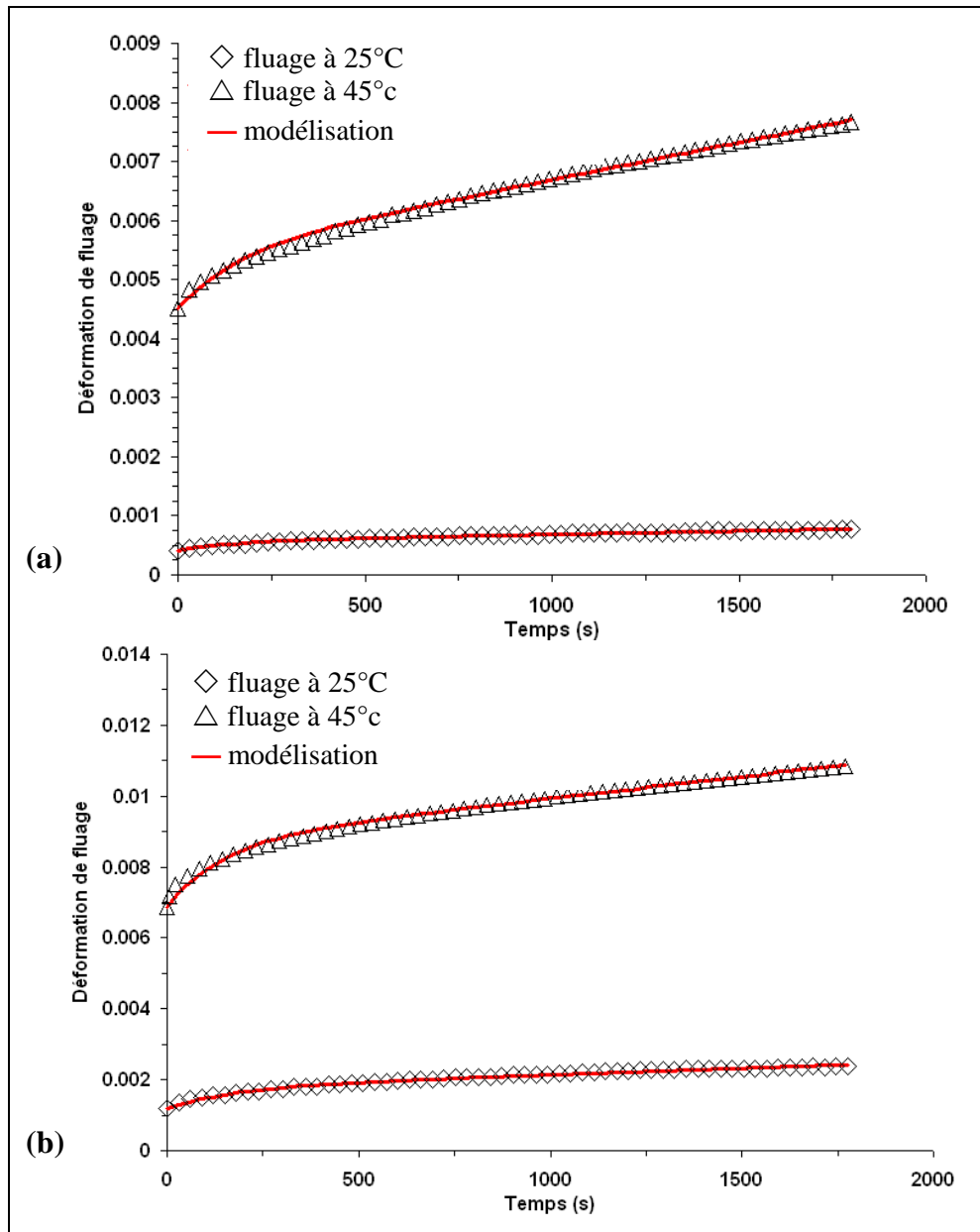


Figure II-16 Evolutions expérimentales et théoriques (modèle de Burgers) de la déformation en fluage à 25°C et à 45°C, pour les systèmes commerciaux Sikadur 30 (a) et Etacol 492 (b), et avec un niveau de contrainte appliquée de 5 MPa.

Les courbes expérimentales montrent qu'en passant de 25°C à une température de 45°C, on augmente fortement la déformation instantanée initiale en raison du ramollissement de la phase polymère, et on augmente également la vitesse de fluage dans les régimes transitoire et stationnaire en raison de l'augmentation de la mobilité moléculaire des chaînes du réseau époxy. Ces variations apparaissent nettement plus marquées pour le système Sikadur 30, pour lequel la température d'essai de 45°C est proche de la T_g , que pour le système Etacol 492 dont la T_g est plus élevée. Cependant, le niveau de déformation reste globalement inférieur pour le

Sikadur 30 en raison de sa plus grande rigidité liée à sa forte teneur en charges minérales.

Le modèle de Burgers a à nouveau été appliqué pour décrire le comportement des adhésifs à la température de 45°C (Figure II-16), et les valeurs identifiées pour les coefficients du modèle sont rapportées dans le Tableau II.9.

L'augmentation de température de 25°C à 45°C entraîne une diminution de l'ensemble des coefficients élastiques et visqueux du modèle de Burgers. La diminution des modules E_1 et E_2 , qui est associée à l'augmentation des déformations instantanées et de fluage, est plus marquée pour le Sikadur 30 que pour l'Etacol 492. On observe la même tendance pour la diminution des viscosités η_1 et η_2 , qui est liée à l'augmentation de la mobilité des chaînes macromoléculaires du réseau époxy. Ces données quantitatives confirment que l'effet de la température d'essai sur le comportement en fluage des adhésifs est d'autant plus marqué que la température d'essai est proche de la T_g du matériau testé.

Tableau II.9 : Valeurs des coefficients du modèle de Burgers identifiées à partir des courbes de fluage expérimentales à 25°C et 45°C (contrainte appliquée de 5 MPa), pour les deux adhésifs étudiés. Les variations indiquées traduisent l'effet de l'augmentation de la température d'essai.

<i>Matériau</i>	<i>T (°C)</i>	<i>E₁ (GPa)</i>	<i>η₁ (10³ GPa.s)</i>	<i>E₂ (GPa)</i>	<i>η₂ (10³ GPa.s)</i>
Sikadur 30	25	11,7 ± 0,9	51 ± 12	40 ± 8	5,45 ± 0,08
	45	1,2 ± 0,4	4,1 ± 0,6	5,7 ± 0,7	0,82 ± 0,06
	Variation	- 90 %	- 92 %	- 86 %	- 86 %
Etacol 492	25	4,3 ± 0,1	13 ± 1	8,7 ± 0,2	1,46 ± 0,07
	45	0,9 ± 0,3	4,8 ± 1,2	3,4 ± 0,7	0,70 ± 0,08
	Variation	- 79 %	- 63 %	- 61 %	- 52 %

II.2.2 Approche prédictive du comportement en fluage à long terme

Cette partie vise à évaluer le comportement en fluage à long terme des deux adhésifs considérés dans cette étude, de manière à établir des lois de comportement qui puissent être utilisées ultérieurement pour modéliser le fluage des assemblages collés béton/composites. Cet objectif nécessite le développement d'une méthodologie générique s'appuyant sur :

- i) la réalisation d'essais de fluage thermo-stimulés de courte durée sur éprouvettes d'adhésifs,
- ii) l'application du Principe de Superposition Temps-Température permettant la construction de courbes maîtresses (Cf. paragraphe I.4.2 de l'étude bibliographique),
- iii) l'utilisation du modèle rhéologique de Burgers, dont les paramètres sont identifiés à partir des courbes maîtresses de fluage précédentes.

Le comportement en fluage des adhésifs étant généralement non linéaire, les étapes précédentes sont réitérées pour différents niveaux de contrainte appliquée, de manière à pouvoir décrire la dépendance des paramètres du modèle de Burgers vis-à-vis de la contrainte de fluage et disposer ainsi d'un modèle de fluage non linéaire.

i) Cycles de fluage/recouvrance thermo-stimulés

Des essais thermo-stimulés de courte durée ont été réalisés sur les deux adhésifs commerciaux Sikadur 30 et Etacol 492 au moyen du viscoanalyseur Metravib VA2000 et avec les conditions opératoires suivantes :

- le même type d'échantillons parallélépipédiques de section 4 mm x 1 mm décrits dans le paragraphe précédent a été utilisé ici,
- ces échantillons ont été soumis à des cycles de fluage/recouvrement (30 minutes de fluage en traction, puis 30 minutes de recouvrement) en conditions isothermes à différents paliers de températures entre 25°C et 80°C maximum, avec un écart de 2°C entre deux paliers successifs. Un temps de stabilisation de 5 minutes a été respecté au début de chaque palier de température avant de lancer le cycle de fluage/recouvrement,
- ces essais thermo-stimulés ont été réitérés pour différents niveaux de contrainte de fluage σ_0 (5 MPa, 8 MPa et 10 MPa) afin d'évaluer les effets de non linéarité. Trois échantillons ont été testés à chaque niveau de contrainte.
- les essais ont généralement été interrompus par la rupture en fluage des échantillons avant que le palier de température de 80°C ne soit atteint.

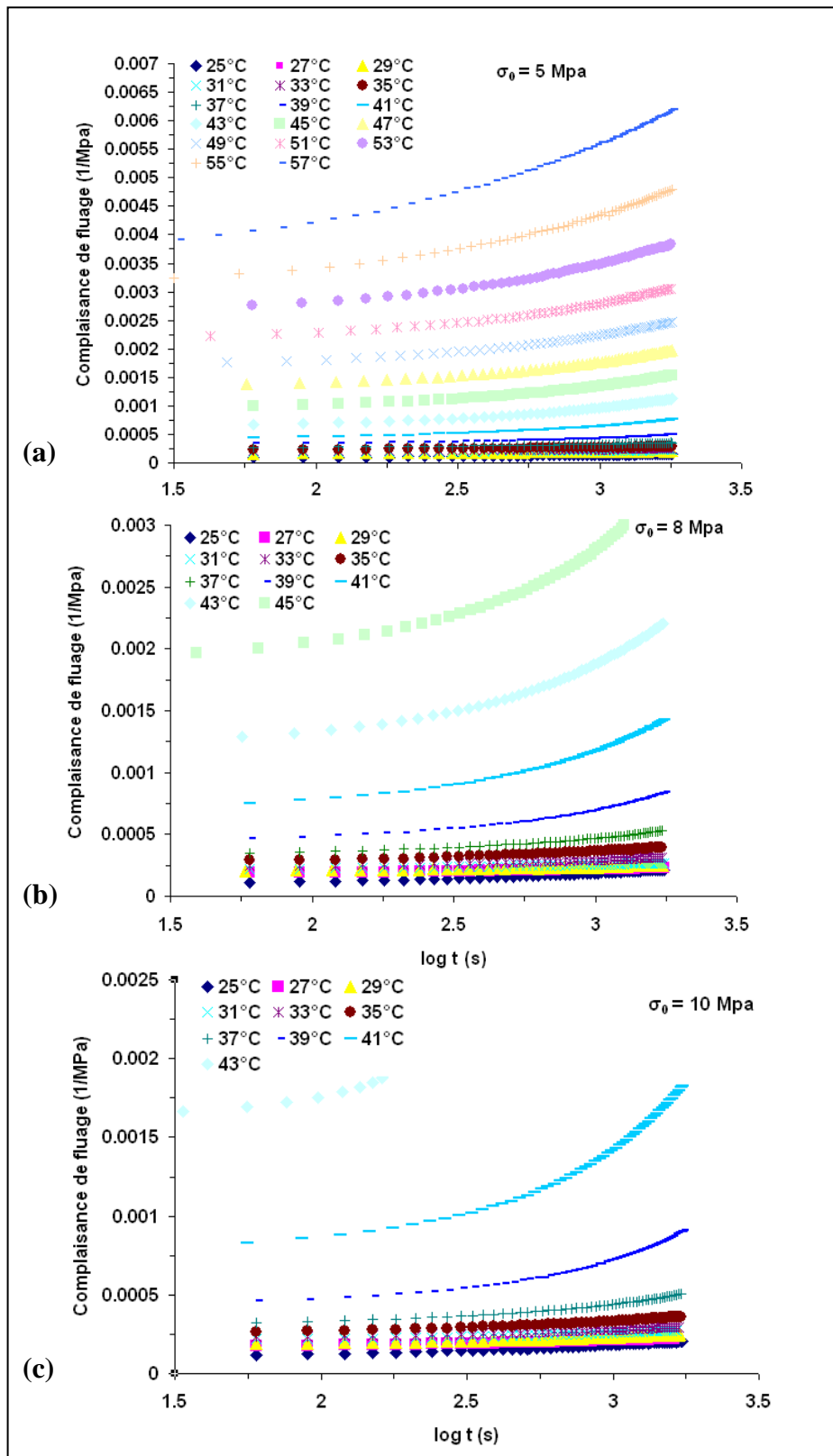


Figure II-17 Résultats des essais de fluage thermo-stimulé pour le système Sikadur 30 – Evolutions de la complaisance de fluage en fonction du logarithme du temps, à différents paliers de température et pour des contraintes de fluage de 5MPa (a), 8 MPa (b) et 10 MPa (c).

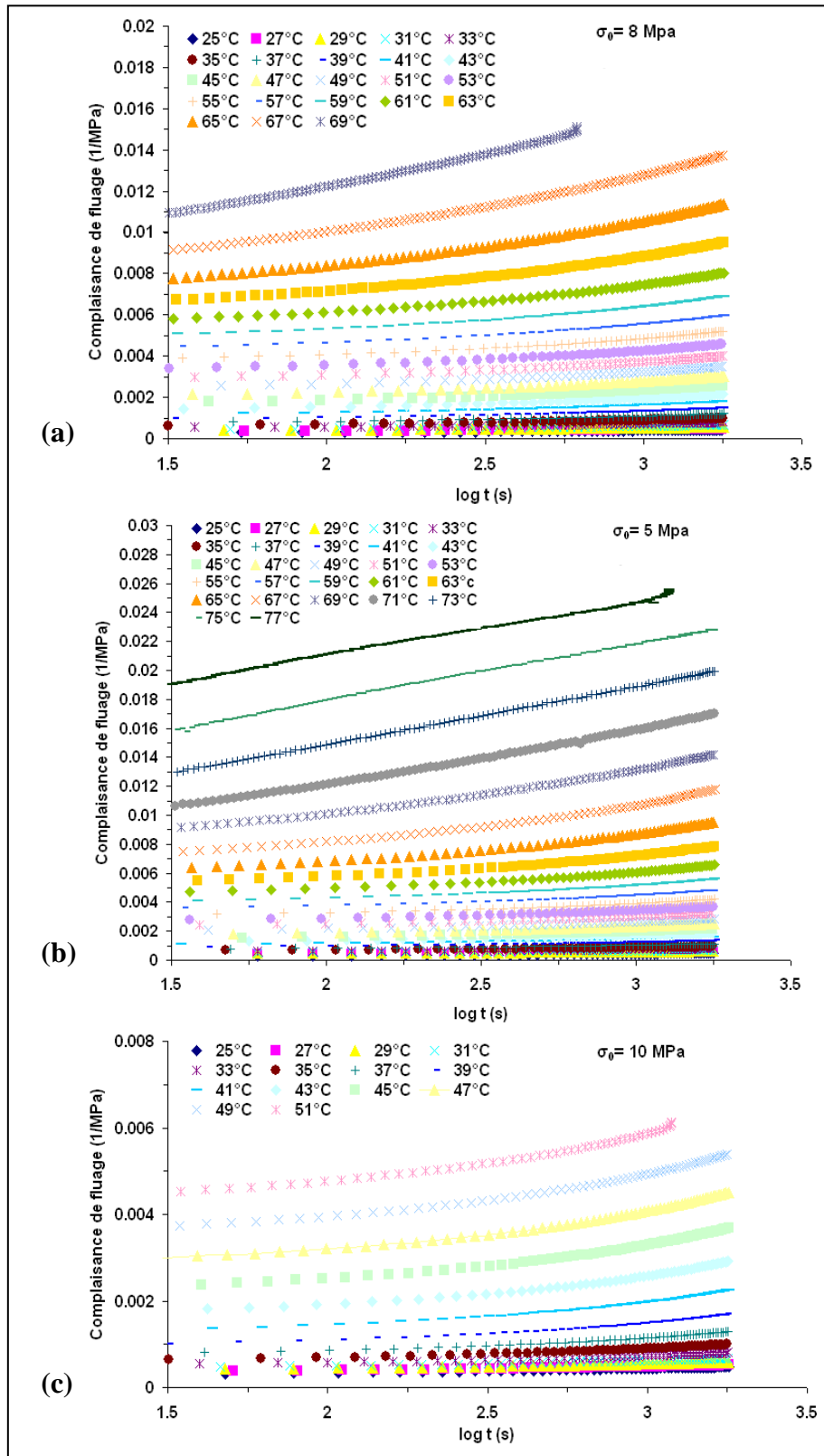


Figure II-18 Résultats des essais de fluage thermo-stimulé pour le système Etacol 492 – Evolutions de la complaisance de fluage en fonction du logarithme du temps, à différents paliers de température et pour des contraintes de fluage de 5MPa (a), 8 MPa (b) et 10 MPa (c).

Les Figure II-17 et Figure II-18 présentent les courbes de fluage thermo-stimulé obtenues pour les adhésifs Sikadur 30 et Etacol 492, respectivement. Sur chaque figure sont présentées les évolutions de la complaisance de fluage $J(t, T, \sigma_0) = \varepsilon(t, T) / \sigma_0$ en fonction du logarithme du temps pour les différents paliers de température, et pour les niveaux de contrainte appliquée σ_0 de 5 MPa (a), 8 MPa (b) et 10 MPa (c).

Sur chaque graphe, la courbe de fluage obtenue au niveau du palier de température le plus élevé est celle sur laquelle a été enregistrée la rupture en fluage de l'échantillon. Pour un niveau de contrainte donné, il ressort que la rupture en fluage intervient systématiquement à une température et un niveau de déformation supérieurs pour l'adhésif Etacol 492. Cette tendance peut évidemment être corrélée à la T_g supérieure et à la moindre rigidité de ce système par rapport au Sikadur 30.

Les courbes isothermes vont maintenant permettre de construire des courbes maîtresses de fluage selon le Principe de Superposition Temps-Température (*PSTT*).

ii) Application du Principe de Superposition Temps-Température

Le Principe de Superposition Temps-Température a été appliqué pour prédire le comportement en fluage à long terme des deux adhésifs commerciaux, aux différents niveaux de contrainte appliquée. Les courbes maîtresses ont été construites selon la méthode classique de translation des courbes isothermes le long de l'axe des temps, par rapport à l'isotherme de référence à 25°C (Cf. paragraphe I.4.2 de l'étude bibliographique). Soulignons, que l'approche *PSTT* peut permettre de construire des courbes maîtresses pour d'autres températures d'essais, en considérant la référence adéquate lors du glissement des isothermes, mais nous nous sommes restreints ici à décrire le fluage à 25°C.

Les Figure II-19 et Figure II-20 illustrent respectivement la construction des courbes maîtresses de la complaisance de fluage pour les systèmes Sikadur 30 et Etacol 492, à la température de référence de 25°C et pour des contraintes appliquées de 5 MPa (a), 8 MPa (b) et 10 MPa (c). Ces courbes maîtresses fournissent une prédiction de l'évolution de la complaisance sur des temps très long (de l'ordre de 10^{13} s pour le Sikadur à 25°C, par exemple), qui n'est probablement pas réaliste. Mais dans la suite de l'étude, nous nous intéresserons essentiellement à la prédiction sur les premiers mois de fluage, qui sera utilisée pour caler le modèle rhéologique de Burgers.

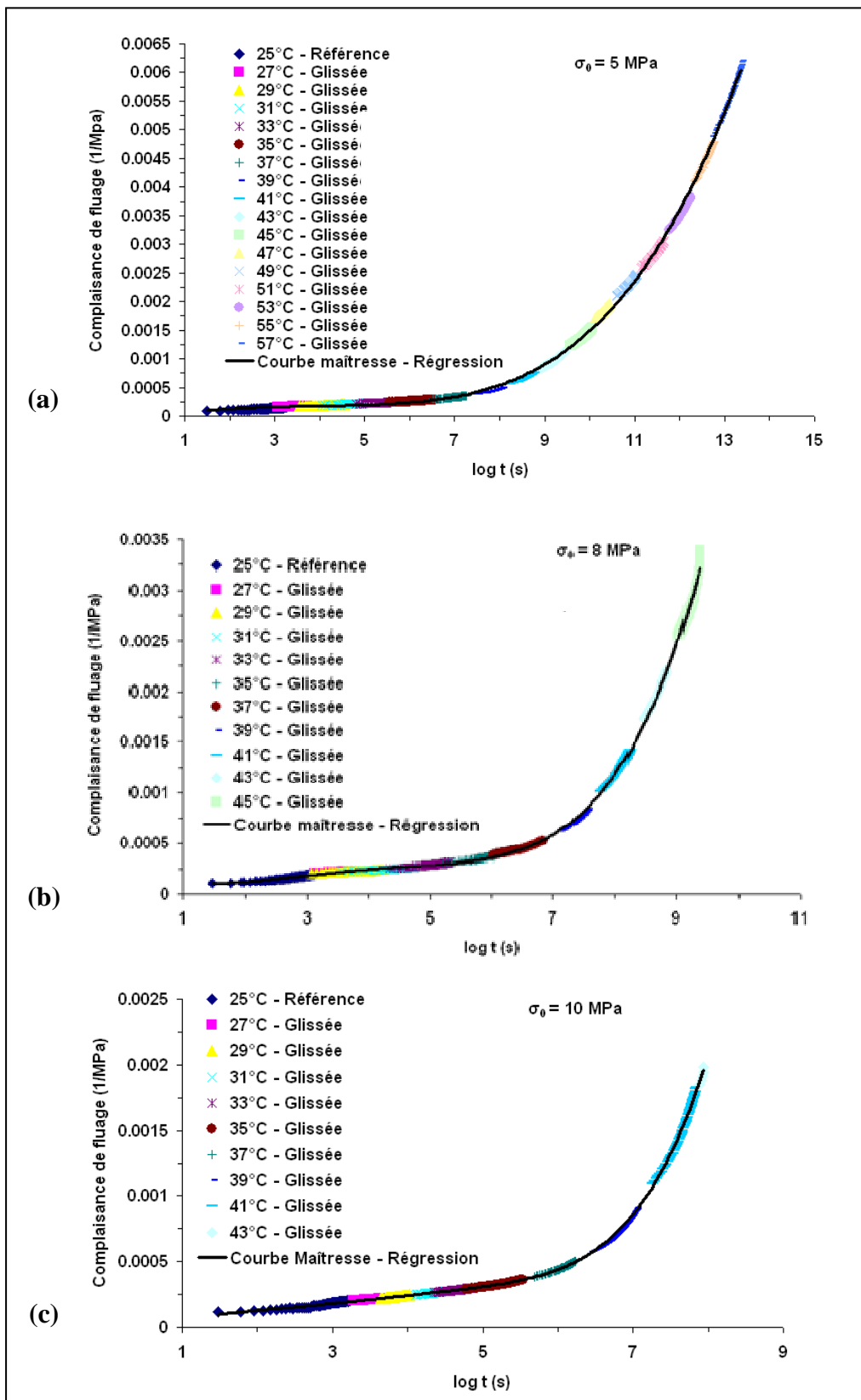


Figure II-19 Construction des courbes maîtresses de la complaisance de fluage pour l'adhésif Sikadur 30, à la température de référence de 25°C et à des niveaux de contrainte appliquée de 5 MPa (a), 8 MPa (b) et 10 MPa (c).

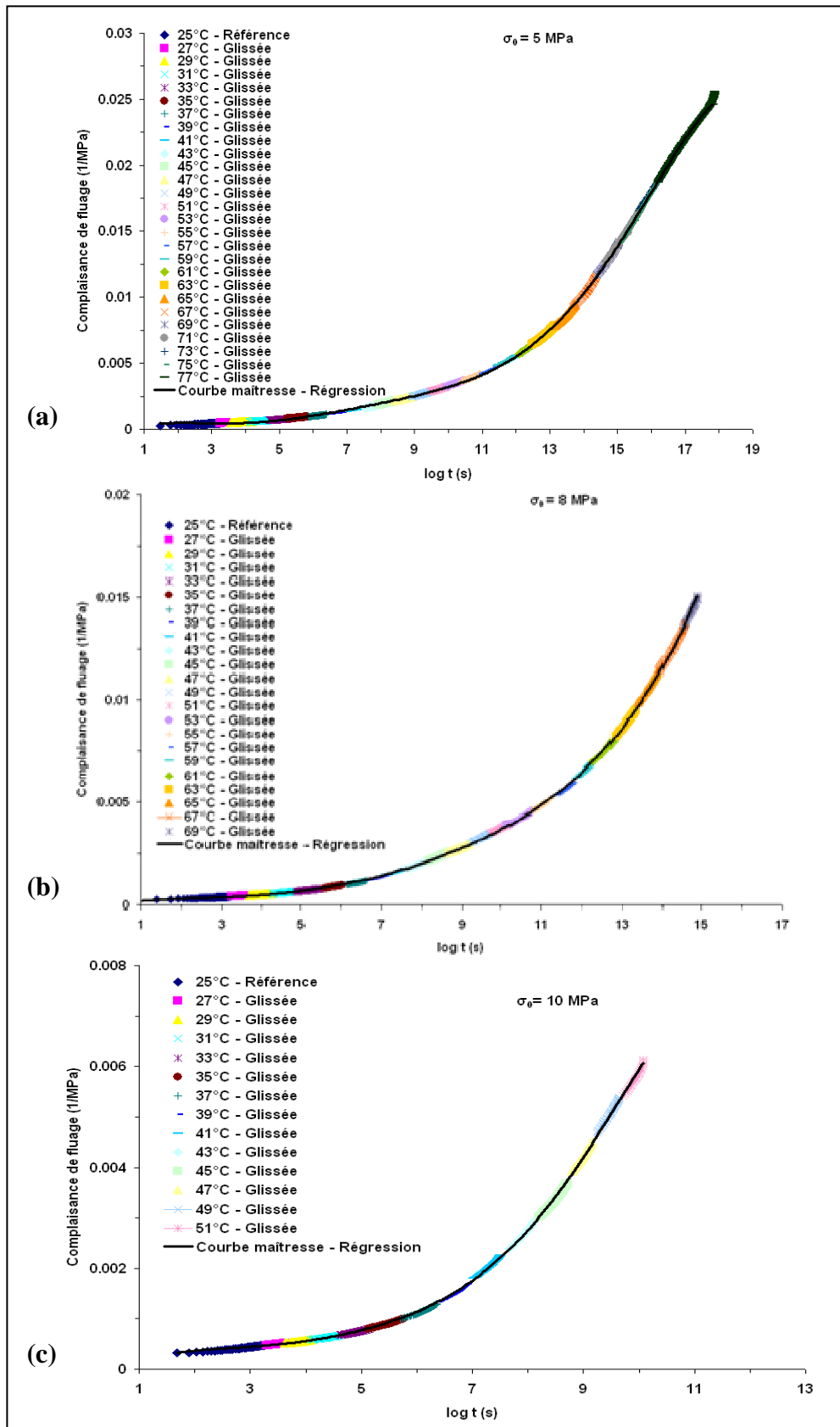


Figure II-20 Construction des courbes maîtresses de la complaisance de fluage pour l'adhésif Etacol 492, à la température de référence de 25°C et à des niveaux de contrainte appliquée de 5 MPa (a), 8 MPa (b) et 10 MPa (c).

La Figure II-21 superpose les courbes maîtresses obtenues aux différents niveaux de contrainte appliquée pour chacun des deux systèmes (chaque courbe correspond une moyenne sur trois échantillons). Il ressort que la contrainte affecte significativement les courbes maîtresses de fluage, mettant en évidence le comportement non linéaire des deux adhésifs :

- en effet, le moment à partir duquel on observe une augmentation exponentielle de la complaisance est décalé vers les temps courts lorsque le niveau de contrainte augmente,
- la valeur de la complaisance à la rupture diminue nettement avec l'augmentation de la contrainte appliquée.

Par ailleurs, la dépendance de la réponse en fluage vis-à-vis de la contrainte appliquée est beaucoup plus marquée pour l'adhésif Sikadur 30 que pour l'Etacol 492.

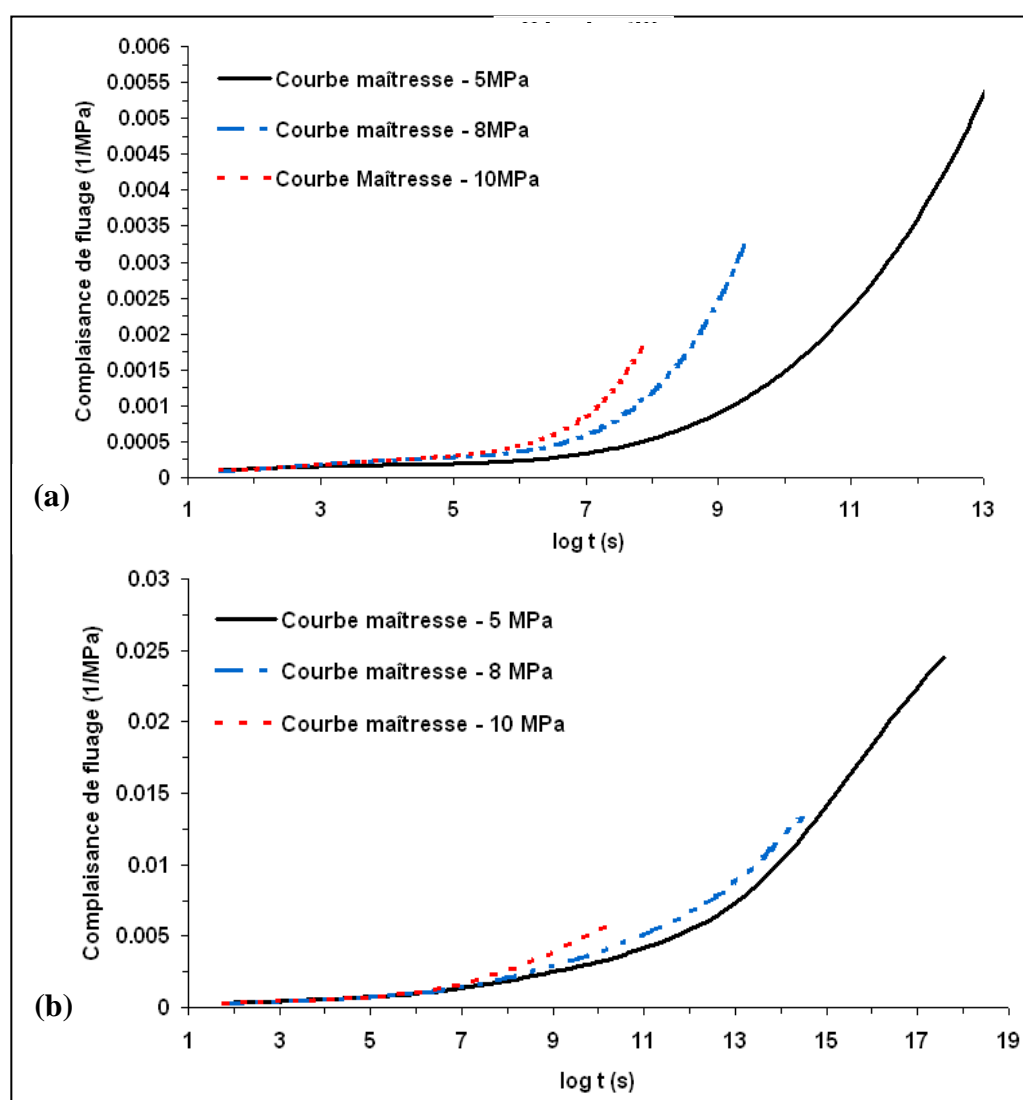
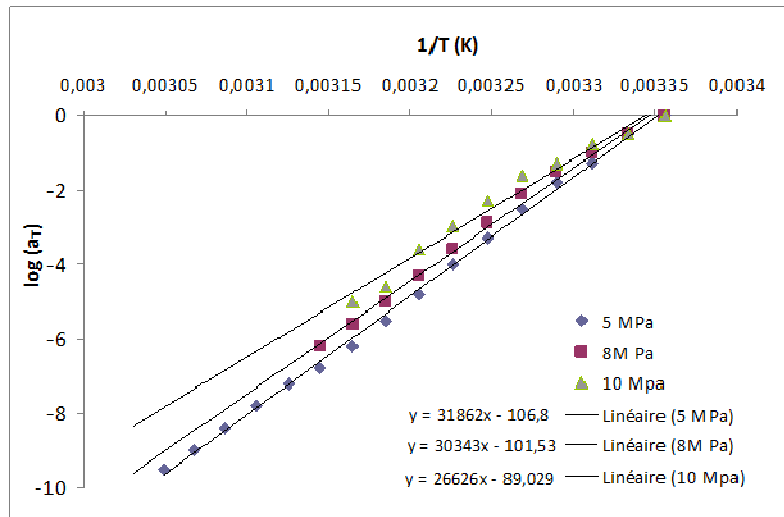


Figure II-21 Superposition des courbes maîtresses obtenues aux différents niveaux de contrainte appliquée (5, 8 et 10 MPa) pour les systèmes Sikadur 30 (a) et Etacol 492 (b).

La température de référence est de 25°C.

(a)



(b)

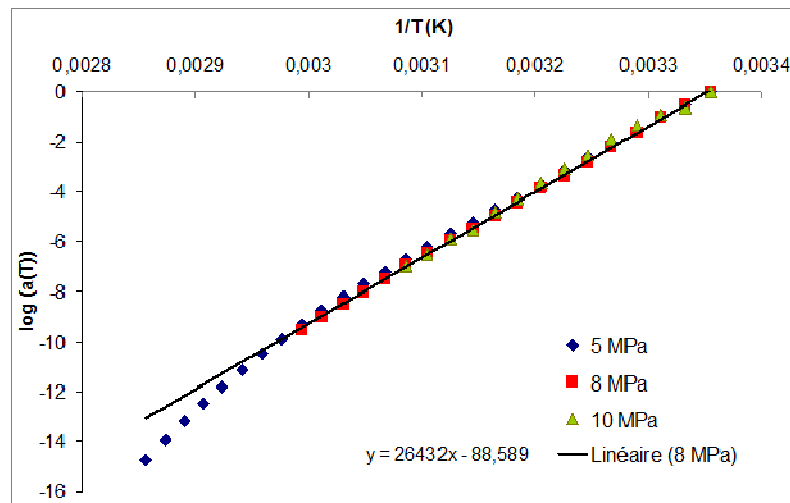


Figure II-22 Evolution des facteurs de glissement en fonction de la température, aux différents niveaux de contrainte appliqué, pour le Sikadur 30 (a) et l'Etacol 492 (b).

La Figure II-22 montre l'évolution des facteurs de translation a_T des courbes maîtresses en fonction de l'inverse de la température, $\log(a_T) = f(1/T)$, pour les deux systèmes Sikadur 30 et Etacol 492 sollicité en fluage. On remarque que les évolutions expérimentales ne sont pas vraiment linéaires ; l'équation d'Arrhenius ne permet donc pas de décrire de manière rigoureuse le fluage de nos adhésifs. Les régressions permettent cependant d'évaluer en première approximation des énergies d'activation de 266 kJ/mol et 220 kJ/mol pour les adhésifs Sikadur 30 et l'Etacol 492, respectivement, pour une contrainte appliquée de 5 MPa. Dans le cas de l'adhésif Sikadur 30, cette énergie d'activation semble diminuer lorsque la contrainte augmente (252 kJ/mol à 8 MPa et 222 kJ/mol à 10 MPa) en accord avec le comportement non linéaire marqué de cet adhésif. L'ordre de grandeur de ces énergies d'activation est plutôt cohérent avec des mouvements de chaînes à grande distance, contrairement à ce qui est souvent rapporté pour des époxy ayant des T_g plus élevées, qui présentent des énergie d'activation en fluage de l'ordre de 100 kJ/mol associées à des

mouvement plus locaux de segments de chaînes du polymère [FEN 05]. Ceci pourrait être lié à l'écart réduit entre la température d'essai et la T_g des deux adhésifs.

iii) Développement d'un modèle rhéologique non linéaire

Le modèle de Burgers fournit une description mathématique simple du comportement en fluage des matériaux viscoélastiques linéaires. Toutefois, dans le paragraphe précédent et dans plusieurs études de la littérature, il a été démontré que le comportement en fluage des adhésifs époxy dépend du niveau de contrainte appliquée et peut donc être qualifié de non-linéaire ([MES 09], [MAJ 09], [DEA 07]). Pour que le modèle de Burgers puisse rendre compte de cette non-linéarité, il est possible de le modifier en intégrant des lois d'évolution de ses coefficients théoriques en fonction de la contrainte appliquée ([MAJ 09]).

La suite du paragraphe décrit les étapes nécessaires pour identifier ces lois de comportement à partir des courbes maîtresses issues de l'approche *PSTT*.

- Dans une première étape, à partir des courbes maîtresses en complaisance et de la définition de la complaisance de fluage $J(t, T, \sigma_0) = \varepsilon(t, T) / \sigma_0$, nous avons pu déterminer les évolutions de la déformation de fluage sur une durée de 30 jours, pour les différents niveaux de contraintes appliquées σ_0 (5, 8 et 10 MPa). Ces courbes d'évolution sont présentées sur la Figure II-23 pour le système Sikadur 30 (a) et l'Etancol 492 (b). Le comportement non linéaire des deux adhésifs apparaît très clairement sur ces courbes, notamment à travers la dépendance de la vitesse de fluage stationnaire (pente de l'asymptote) vis-à-vis de la contrainte appliquée.

- Ces courbes sont ensuite utilisées pour identifier des coefficients du modèle de Burgers à chaque niveau de contrainte appliquée (les courbes simulées sont ajustées au mieux avec les évolutions issues de l'approche *PSTT*, comme illustré sur la Figure II-23). Le module d'élasticité E_1 est considéré constant et égal au module d'Young déterminé par essais de traction statique à 25°C, soit 12,8 GPa pour le Sikadur 30 et 4,5 GPa pour l'Etancol 492 (Cf. paragraphe II.1.5). Les valeurs identifiées pour les autres coefficients du modèle de Burgers sont répertoriées dans le Tableau II.10. On notera sur la Figure II-23, qu'un bon accord a pu être obtenu entre les courbes théoriques et l'approche *PSTT* pour tous les niveaux de contrainte considérés. Par ailleurs, le Tableau II.10 montre une diminution significative des paramètres η_1 , η_2 et E_2 lorsque la contrainte augmente, ce qui confirme la non linéarité du comportement en fluage des deux adhésifs. Néanmoins, cette évolution est beaucoup plus prononcée pour l'adhésif Sikadur 30 que pour l'Etancol 492, indiquant une non-linéarité nettement plus marquée du premier système.

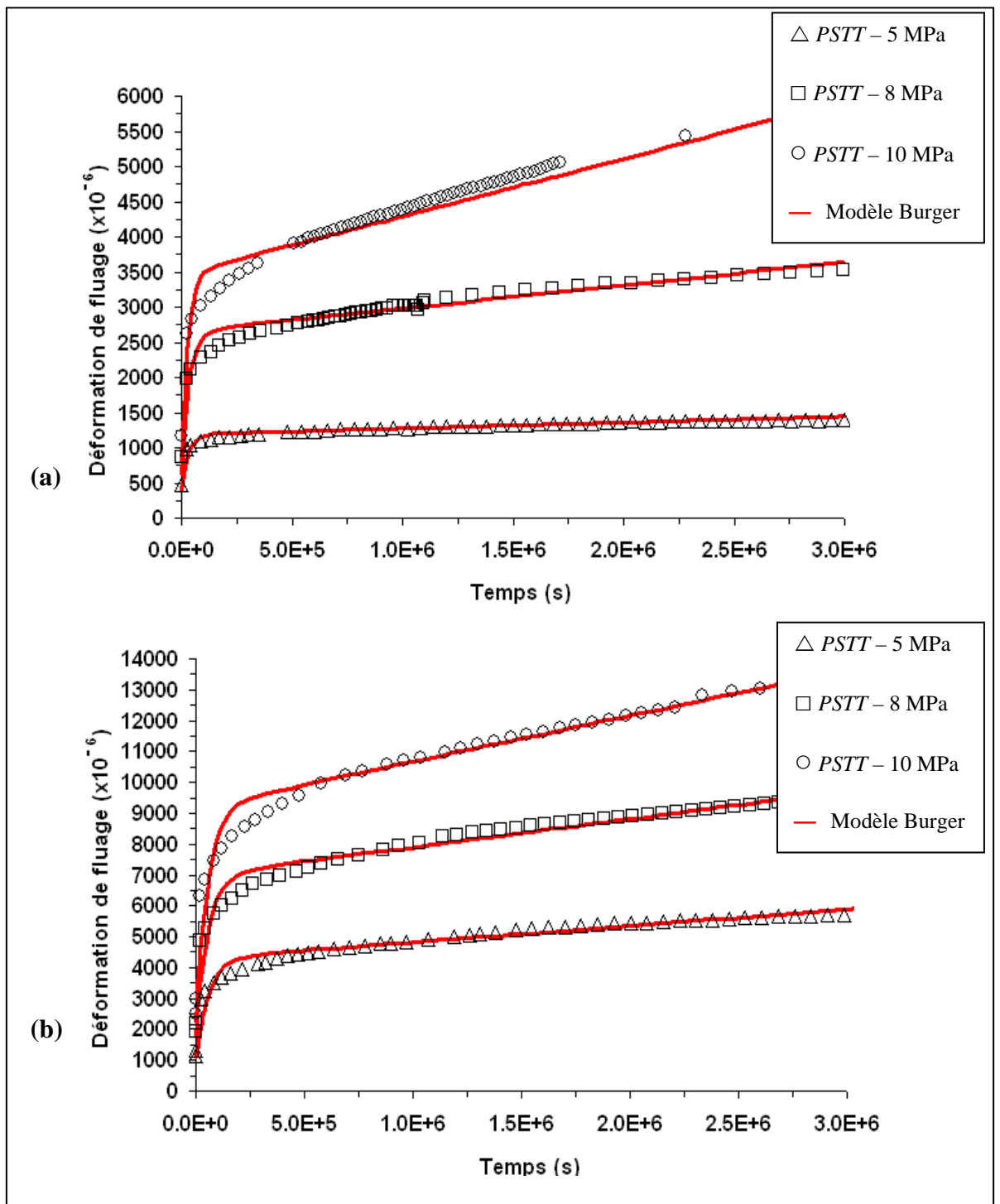


Figure II-23 Evolutions de la déformation de fluage sur une durée de 1 mois pour les systèmes Sikadur 30 (a) et Etancol 492 (b), à la température de référence de 25°C et aux différents niveaux de contrainte appliquée - Comparaison entre les données issues de l'approche PSTT et les simulations obtenues par identification avec le modèle de Burgers.

Tableau II.10: Valeurs des coefficients du modèle de Burgers identifiées à partir des courbes de fluage issues de l'approche *PSTT* (à 25°C et à différents niveaux de contrainte appliquée), pour les deux adhésifs étudiés.

<i>Matériau</i>	σ_0 (MPa)	E_1 (GPa)	η_1 (GPa.s)	E_2 (GPa)	η_2 (GPa.s)
Sikadur 30	5	12,8	59,1 x 10 ⁶	6,3	19,0 x 10 ⁴
	8	idem	24,3 x 10 ⁶	4,0	13,8 x 10 ⁴
	10	idem	12,2 x 10 ⁶	3,7	10,4 x 10 ⁴
Etancol 492	5	4,5	9,4 x 10 ⁶	1,6	9,5 x 10 ⁴
	8	idem	8,6 x 10 ⁶	1,5	8,6 x 10 ⁴
	10	idem	6,7 x 10 ⁶	1,4	7,9 x 10 ⁴

• La dernière étape consiste à tracer les évolutions des coefficients η_1 , η_2 et E_2 du modèle de Burgers en fonction de la contrainte appliquée. La Figure II-24 illustre ces évolutions dans le cas du Sikadur 30. Des régressions linéaires (pour η_1 et η_2) ou exponentielles (pour E_2) permettent alors d'établir des lois d'évolution de ces paramètres en fonction de σ_0 pour le Sikadur 30 :

$$\eta_1(\sigma_0) \text{ [GPa.s]} = \exp (-0,3141 \cdot \sigma_0 + 19,48) \quad (\text{II.7})$$

$$\eta_2(\sigma_0) \text{ [GPa.s]} = \exp (-0,12 \cdot \sigma_0 + 12,767) \quad (\text{II.8})$$

$$E_2(\sigma_0) \text{ [GPa]} = 0,14 \cdot \sigma_0^2 - 2,62 \cdot \sigma_0 + 15,9 \quad (\text{II.9})$$

De la même manière, les lois d'évolution suivantes ont été déterminées pour l'adhésif Etancol 492 :

$$\eta_1(\sigma_0) \text{ [GPa.s]} = \exp (-0,019 \cdot \sigma_0^2 + 0,21 \cdot \sigma_0 + 15,47) \quad (\text{II.10})$$

$$\eta_2(\sigma_0) \text{ [GPa.s]} = \exp (-0,009 \cdot \sigma_0^2 + 0,1 \cdot \sigma_0 + 1,26) \quad (\text{II.11})$$

$$E_2(\sigma_0) \text{ [GPa]} = -0,036 \cdot \sigma_0 + 11,65 \quad (\text{II.12})$$

L'introduction des lois d'évolutions ad hoc dans l'équation classique du modèle de Burgers, permet finalement de proposer un modèle de fluage non linéaire à 25°C pour chacun des deux adhésifs, défini par l'expression générale :

$$\varepsilon(\sigma_0, t) = \sigma_0 \left[\frac{1}{E_1} + \frac{t}{\eta_1(\sigma_0)} + \frac{1}{E_2(\sigma_0)} \left(1 - \exp\left(-\frac{E_2(\sigma_0)}{\eta_2(\sigma_0)} t\right) \right) \right] \quad (\text{II.13})$$

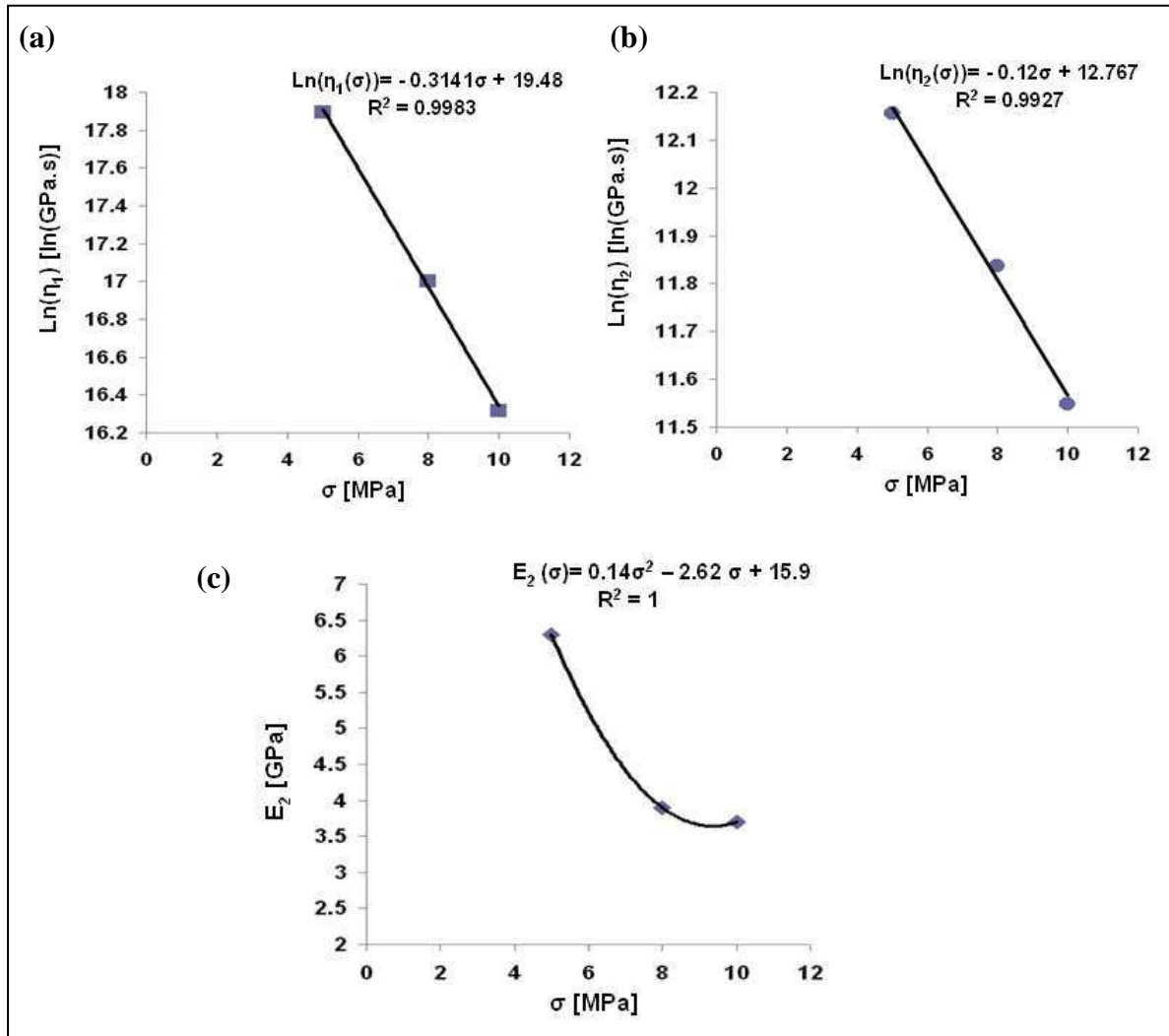


Figure II-24 Illustration des évolutions des coefficients η_1 (a), η_2 (b) et E_2 (c) du modèle de Burgers avec le niveau de contrainte pour le système Sikadur 30. Les régressions correspondantes sont également tracées.

Le modèle de Burgers modifié va par la suite être intégré dans un code d'éléments finis pour décrire le comportement en fluage non linéaire de la couche adhésive au sein de l'assemblage collé béton/renfort composite. Ce point sera traité au Chapitre III.

La dernière partie du Chapitre II est consacrée à l'influence du vieillissement hygrothermique sur les propriétés mécaniques et le comportement en fluage des adhésifs.

II.3. Influence du vieillissement hygrothermique

Plusieurs auteurs ont montré que les adhésifs structuraux et les assemblages collés sont sensibles à l'humidité (Cf. étude bibliographique). La température peut également exacerber l'effet de l'humidité en accélérant la cinétique de sorption.

Ce paragraphe cherche à évaluer l'influence du vieillissement hygrothermique sur le comportement en fluage des deux adhésifs commerciaux Sikadur 30 et Etacol 492. Dans cette optique, des échantillons d'adhésifs (Cf. Figure II-5) ont été immergés dans l'eau distillée à trois températures différentes (22°C, 33°C et 40°C). Une première partie analyse brièvement la cinétique de sorption des échantillons et la partie suivante aborde l'influence du vieillissement sur le fluage.

II.3.1 Cinétique de sorption

La Figure II-25 présente les évolutions expérimentales de la masse des échantillons (en %) en fonction du temps de vieillissement et aux trois températures d'immersion.

L'allure générale des courbes de prise de masse du système de colle Sikadur 30 montre l'existence de deux phases dans la cinétique de sorption :

- aux temps courts, la prise en eau est très rapide et le gain de masse augmente avec la température,
- pour les temps de vieillissement les plus longs, la cinétique de sorption devient plus lente mais sans atteindre un équilibre et l'évolution de la prise en masse devient asymptotique. Ce comportement non Fickien pourrait être lié à l'existence de différents phénomènes irréversibles qui contribueraient à accroître la diffusion de molécules d'eau au sein du matériau, comme l'hydrolyse de fonctions époxy résiduelles ou la réorganisation du réseau polymère sous l'effet du gonflement (phénomène de relaxation des chaînes macromoléculaires) [BRU 04].

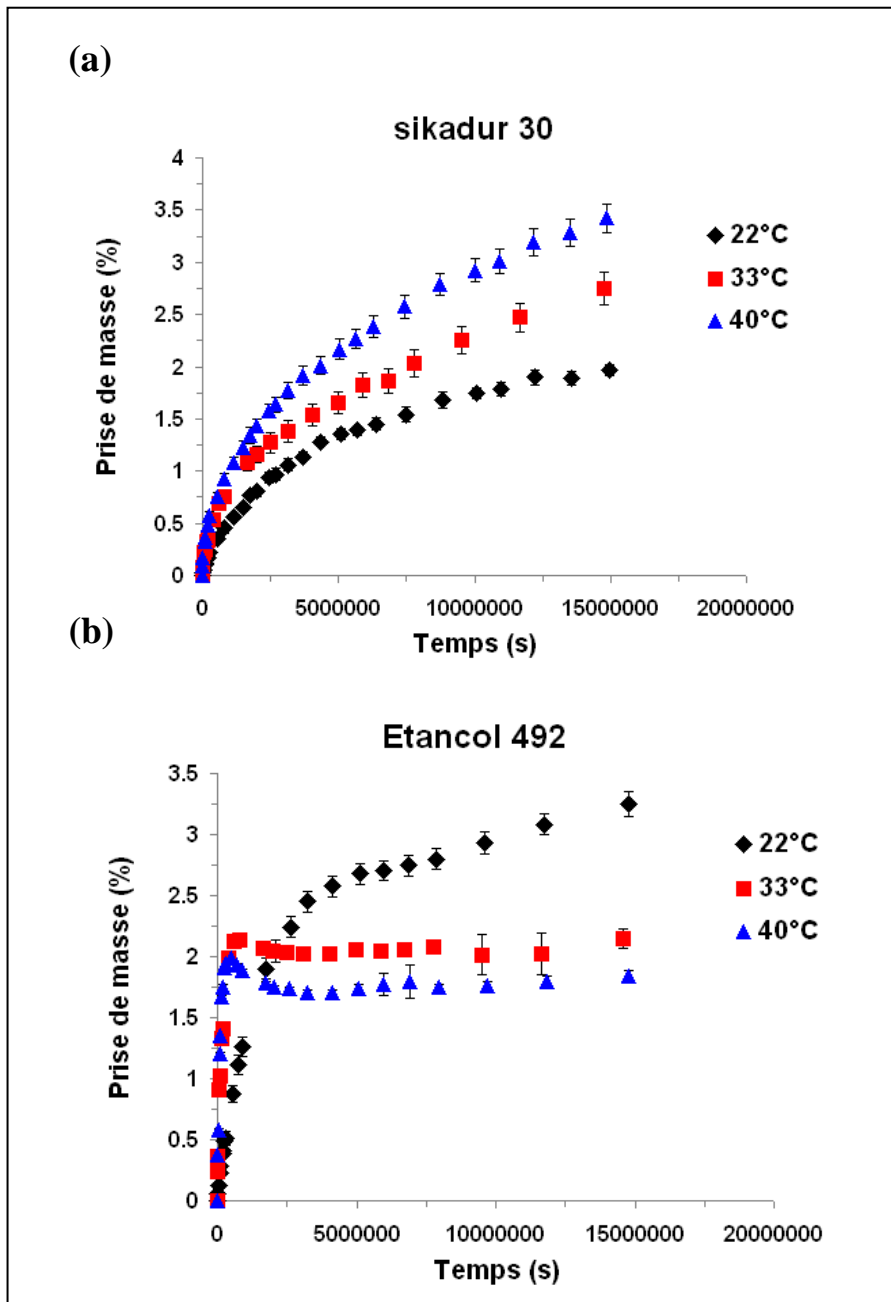


Figure II-25 Prises de masse des échantillons Sikadur 30 (a) et Etanco 492 (b) au cours des vieillissements par immersion dans l'eau distillée à différentes températures (22°C, 33°C et 40°C).

De la même façon, les courbes de prise de masse du système Etancol 492 montrent l'existence de deux domaines distincts dans la cinétique de sorption :

- aux temps courts, la prise en eau est à nouveau très rapide et le gain de masse est d'autant plus important que la température est élevée,
- pour les temps de vieillissement plus longs, la prise de masse semble se stabiliser autour de 2% voire décroître pour les températures de 33°C et 40°C, tandis que la masse continue d'augmenter lors du vieillissement à 20°C, pour atteindre 3,3%. Ceci pourrait révéler des phénomènes de dégradation à 33 et 40°C, liés à l'extraction de certains composants de l'adhésif (plastifiants ou molécules de faible masse) dans le milieu aqueux.

La Figure II-26 permet de comparer les cinétiques de sorption des deux adhésifs à chacune des températures de vieillissement. Cette comparaison montre que :

- à 22°C, la cinétique dans la phase initiale de sorption est plus rapide pour l'Etancol 492 que pour le Sikadur 30, et la masse d'eau absorbée reste globalement plus élevée pour le premier système tout au long du vieillissement. Ceci peut être lié, d'une part à la forte teneur en liant organique dans l'Etancol 492, et d'autre part à la présence de molécules fortement polaires et donc hydrophiles dans ce système (groupements amides),
- aux températures de 33°C et 40°C la prise en eau initiale reste nettement plus rapide dans le système Etancol 492 pour les raisons évoquées précédemment. Par contre aux temps de vieillissement plus longs, la prise de masse du Sikadur 30 devient nettement supérieure à celle de l'Etancol 492 qui plafonne autour de 2%.

L'inversion de tendance intervenant entre le processus de sorption des deux systèmes à 22°C et aux températures supérieures, pourrait donc résulter d'un phénomène de dégradation de l'Etancol 492 pendant l'immersion dans l'eau aux températures supérieures ou égale à 33°C.

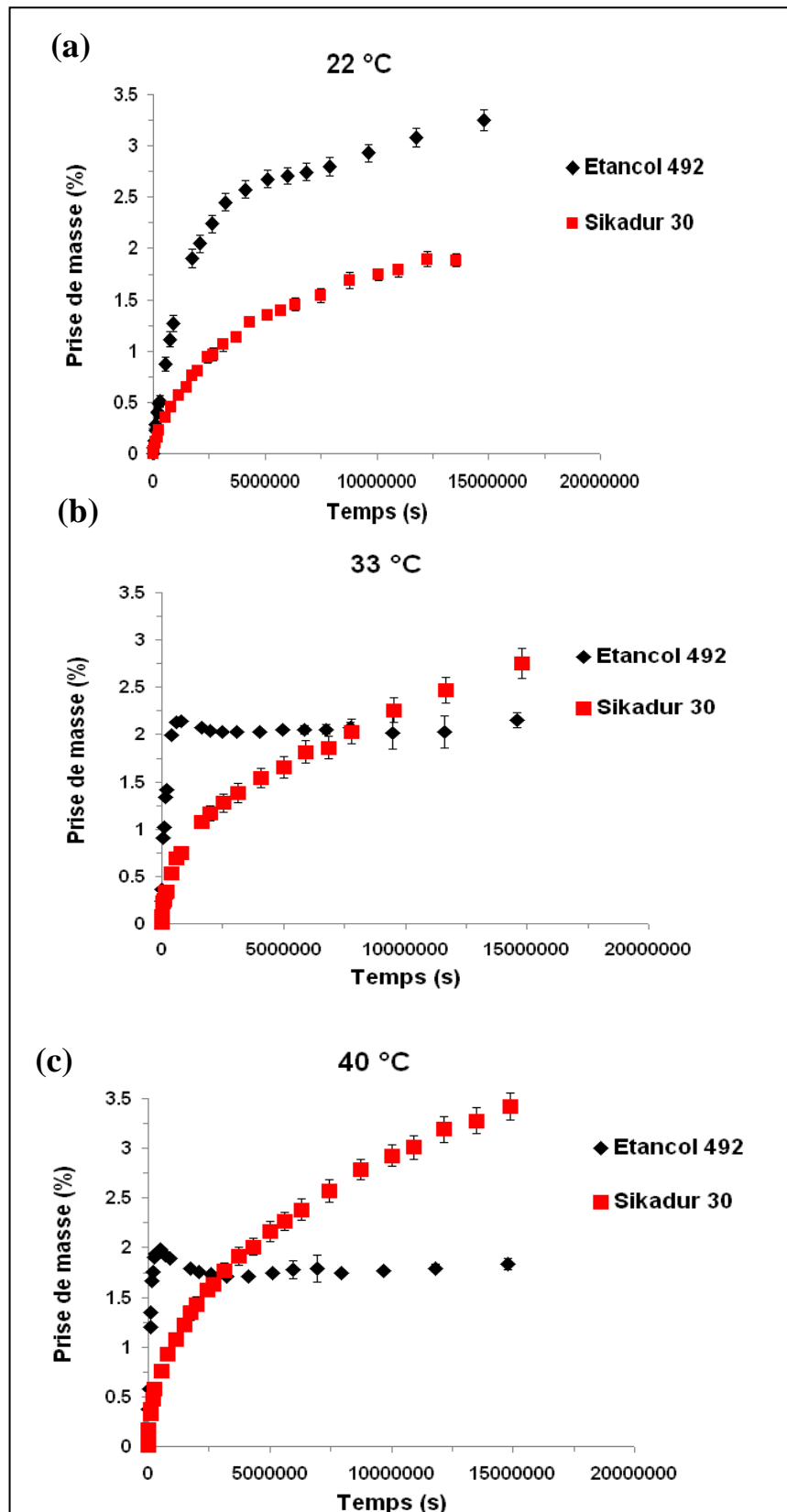


Figure II-26 Comparaison des cinétiques de sorption des systèmes Sikadur 30 et Etanco 492 lors des vieillissements dans l'eau distillée aux températures de : 22°C (a) ; 33°C (b) et 40°C(c).

II.3.2 Influence du vieillissement sur le fluage des adhésifs

Afin de mieux cerner l'influence du vieillissement hygrothermique sur le comportement en fluage des deux adhésifs commerciaux, des essais de fluage ont également été réalisés sur des échantillons ayant été vieillis pendant 5 mois par immersion dans l'eau à des températures de 22°C et 40°C. Ces essais de fluage de courte durée (1800s) ont à nouveau été réalisés au moyen du viscoanalyseur Metravib VA2000, avec une température d'essai de 25°C et une contrainte de fluage de 5 MPa.

La Figure II-27 permet de comparer les évolutions expérimentales de la déformation de fluage en fonction du temps, obtenues respectivement avec des échantillons non vieillis ou préalablement vieillis dans l'eau à 22°C et 40°C, dans le cas des systèmes Sikadur 30 (a) et Etacol 492 (b).

L'examen des courbes permet de formuler les remarques suivantes :

- en ce qui concerne l'adhésif Sikadur 30, le vieillissement dans l'eau conduit à la fois à une augmentation de la déformation élastique instantanée, et à une augmentation de la vitesse de fluage dans les phases de fluage transitoire et quasi-stationnaire. Ces effets sont amplifiés par l'augmentation de la température. Ils résultent de la plastification du réseau polymère par les molécules d'eau ayant diffusé au sein du matériau, et qui induit une augmentation de mobilité moléculaire des chaînes macromoléculaires. Ce point est conforté par une diminution de la T_g mesurée par DSC dans les échantillons vieillis par rapport à celle d'un échantillon conservé dans l'air à 25°C pendant la même durée ($T_g = 51^\circ\text{C}$ et $47,4^\circ\text{C}$ pour les échantillons immergés pendant 5 mois dans l'eau à 22°C et 40°C, respectivement, contre une T_g de $52,5^\circ\text{C}$ pour l'échantillon conservé dans l'air à 25°C).
- les effets sur l'Etacol 492 sont similaires (augmentation de la déformation élastique instantanée et de la vitesse de fluage, lié à la plastification du réseau par les molécules d'eau). En revanche, ici ces effets sont moins marqués pour les échantillons immergés dans l'eau à 40°C, que pour les échantillons immergés à 22°C. Ceci peut s'expliquer par la cinétique de sorption, puisque nous avons vu dans le chapitre précédent que la prise de masse à 40°C est nettement inférieure après immersion à 40°C qu'après immersion à 22°C,
- l'application du modèle de Burgers permet à nouveau de décrire le comportement en fluage des adhésifs vieillis (Figure II-27). Les valeurs identifiées pour les paramètres du

modèle sont rapportées dans le Tableau II.11. Les variations des coefficients élastiques et visqueux sont en accord avec les tendances données par l'examen qualitatif des courbes de fluage.

Au final, il ressort que les effets du vieillissement hygrothermique sur le comportement en fluage dépendraient donc principalement de la quantité d'eau ayant diffusé au sein du matériau et affectant la mobilité des chaînes macromoléculaires.

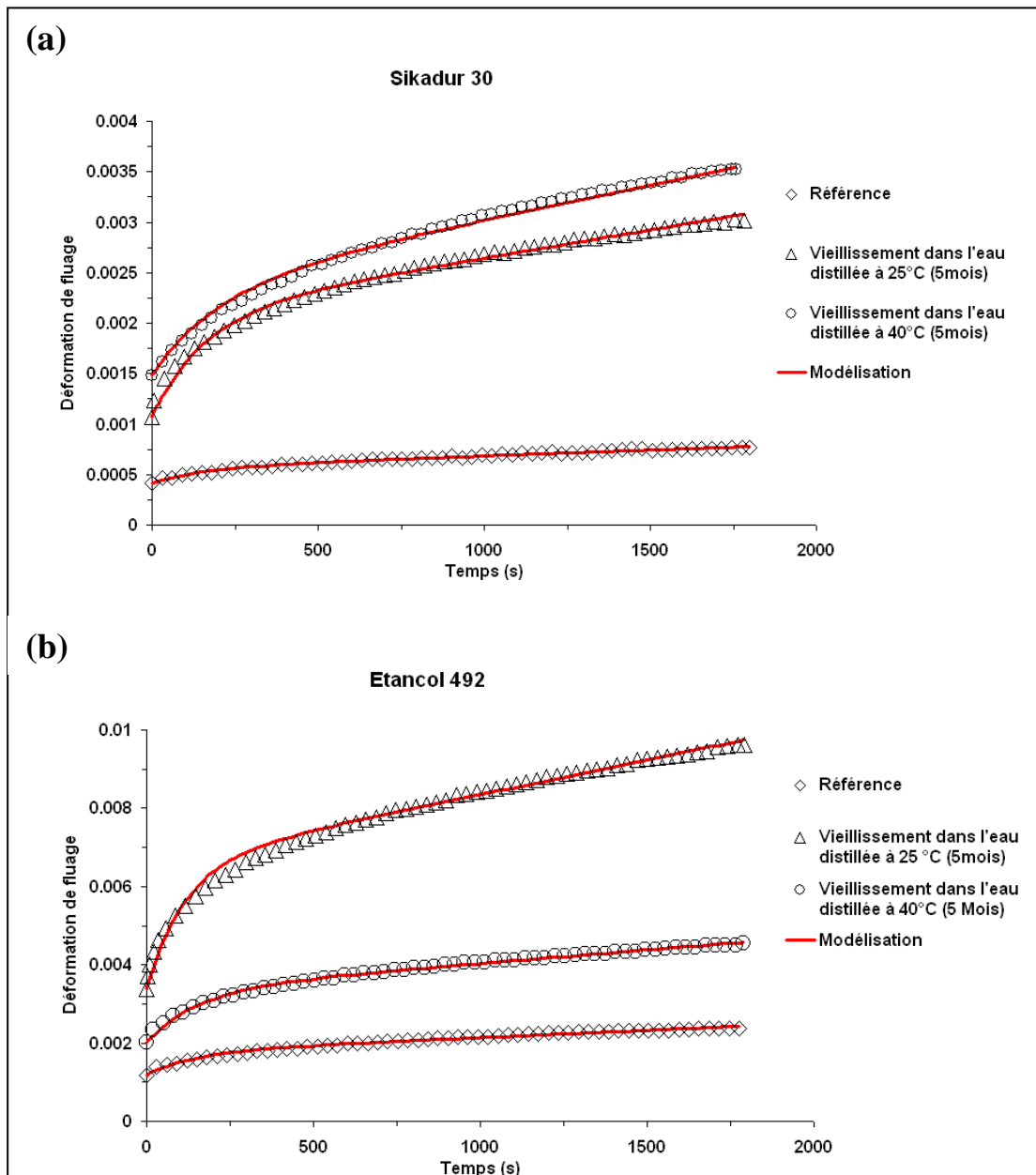


Figure II-27 Evolutions expérimentales et théoriques (modèle de Burgers) de la déformation de fluage, pour les échantillons de référence ou ayant subi un vieillissement de 5 mois dans l'eau à 22°C et 40°C, dans le cas des systèmes : Sikadur 30 (a) et Etacol 492 (b).

Tableau II.11: Valeurs des coefficients du modèle de Burgers identifiées à partir des courbes de fluage, pour les deux adhésifs vieillis étudiés.

<i>Matériau</i>	<i>Température de vieillissement (°C)</i>	E_1 (GPa)	η_1 (10^3 GPa.s)	E_2 (GPa)	η_2 (10^3 GPa.s)
Sikadur 30	Référence	11,7 ± 0,9	51 ± 12	40 ± 8	5,4 ± 0,08
	22	5 ± 0,4	9,4 ± 0,7	5,8 ± 0,8	0,83 ± 0,07
	<i>Variation</i>	- 57 %	- 82 %	- 86 %	- 85 %
	40	3,4 ± 0,1	7,1 ± 0,1	5,8 ± 0,1	1,15 ± 0,08
	<i>Variation</i>	- 71 %	- 86 %	- 86 %	- 79 %
	Etancol 492	Référence	4,3 ± 0,1	13 ± 1	8,7 ± 0,2
22	1,5 ± 0,1	1,6 ± 0,06	3 ± 0,3	0,19 ± 0,01	
<i>Variation</i>	- 65 %	- 88 %	- 66 %	- 87 %	
40	2,4 ± 0,2	7,2 ± 0,06	3,3 ± 0,2	0,55 ± 0,05	
<i>Variation</i>	- 44 %	- 45 %	- 62 %	- 62 %	

II.4. Conclusion du Chapitre II

Ce chapitre visait à mieux appréhender la réponse en fluage des deux adhésifs considérés dans cette étude.

Une première partie, dédiée aux caractérisations physico-chimiques et mécaniques préalables a permis de dégager les spécificités des deux systèmes ainsi que le rôle joué par les phases dispersées (charges minérales) et la matrice polymère sur le comportement global. Le système Sikadur 30, se caractérise par un taux de charge minérale très élevé (de l'ordre de 80% en masse) et par un réseau époxy ayant une T_g relativement faible (52°C). L'Etancol 492 présente lui un taux de charge plus faible (de l'ordre de 60%), une T_g plus élevée (59°C), et une moindre homogénéité du réseau liée à la formulation complexe du durcisseur. L'analyse viscoélastique des deux systèmes et de leurs matrices extraites a également démontré que les propriétés élastiques (module E') de l'adhésif sont gouvernées par les caractéristiques de la phase dispersée (nature et taux de charges), tandis que les propriétés dissipatives sont d'abord gouvernées par les caractéristiques du réseau époxy (densité de réticulation), mais également par la phase dispersée lorsque le taux de charges est très élevé, comme dans le cas de l'adhésif Sikadur 30.

La seconde partie présente une approche prédictive du comportement en fluage non linéaire de l'adhésif basée sur i) la réalisation de tests court terme de fluage thermo-stimulé, ii) la construction de courbes maîtresses par application du principe de superposition temps-température (PSTT), et iii) le développement d'un modèle rhéologique dont les paramètres sont identifiés à partir des courbes maîtresses. Cette approche a permis de dégager des lois de comportement en fluage des deux adhésifs, qui pourront être utilisées par la suite pour modéliser le comportement en fluage des joint béton/composites.

La dernière partie, est dédiée à l'évaluation de l'influence du vieillissement hygrothermique sur le comportement en fluage des deux adhésifs commerciaux Sikadur 30 et Etancol 492. En premier lieu, les cinétiques de sorption de deux adhésifs à chacune des températures de vieillissement (22°C, 33°C et 40°C) ont été identifiées expérimentalement. Des essais de fluage ont également été réalisés sur des échantillons des deux systèmes de colle ayant été vieillis pendant 5 mois par une immersion dans l'eau à des températures de 22°C et 40°C. A partir de ces essais il a été possible de constater que les effets du vieillissement hygrothermique sur le comportement en fluage dépendent principalement de la quantité d'eau diffusée au sein du matériau, qui affecte la mobilité des chaînes macromoléculaires par phénomène de plastification.

CHAPITRE III

Dispositif d'étude et modélisation du fluage des interfaces collées

Les réflexions menées en concertation avec les partenaires du projet (IFSTTAR / DLA et SIKA) ont permis d'arrêter les choix technique précis qui ont guidé la conception du dispositif de fluage développé lors des travaux de cette thèse. Dans ce chapitre, nous décrivons les phases de conception, puis de fabrication en enfin de validation de ce dispositif innovant d'étude du fluage des interfaces collées.

La première partie de ce chapitre livre de nombreux croquis, plans de détails et informations techniques qui permettront au lecteur de s'informer complètement des caractéristiques du dispositif mis au point. Le niveau de précision visé dans le descriptif est celui qui pourrait permettre à un laboratoire de fabriquer un dispositif similaire. On notera que le terme « dispositif » désignera dans la suite de ce document, l'ensemble formé du corps d'épreuve et du dispositif de chargement mécanique assurant sa tenue en charge.

La seconde partie de ce chapitre sera consacrée à la description des phases de réalisation, puisque pour vérifier la pertinence des choix effectués, un prototype (3 dispositifs) a été réalisé et testé avant la construction du bâti définitif (14 dispositifs) et le démarrage de la campagne expérimentale de vieillissement.

Dans **la troisième partie** du présent chapitre, nous détaillerons les étapes de validation du prototype, impliquant la vérification de sa symétrie de fonctionnement et la confrontation des résultats expérimentaux acquis lors de la mise en charge avec les résultats théoriques attendus pour cette phase de comportement élastique instantané.

Enfin, dans la **quatrième et dernière partie**, nous présenterons nos travaux de modélisation du comportement de fluage des interfaces collées, basés sur le modèle rhéologique déterminé dans le précédent chapitre et comparés aux résultats mesurés sur le prototype mis en charge pendant un mois.

III.1. Principes de conception et plans de détail d'un dispositif de fluage des interfaces collées

III.1.1 Principaux éléments du cahier des charges lié à la conception du dispositif

Avant la phase de conception du dispositif de fluage, un cahier des charges a été rédigé. Les exigences concernant le volume du dispositif, la géométrie des corps d'épreuve ainsi que le choix du mode de chargement mécanique ont été les critères prédominants guidant l'établissement de ce cahier des charges.

Le volume du dispositif devait être limité, de sorte qu'un grand nombre de corps d'épreuve (jusqu'à 14) puisse être stocké dans une chambre climatique à ambiance contrôlée (40 °C, 95 % HR) de 10 m² de surface au sol. Le stockage des dispositifs dans la chambre climatique permet alors de soumettre les corps d'épreuve à une sollicitation couplée mécanique et hygrothermique qui constitue l'essai de vieillissement accéléré devant être mis en œuvre à la suite de ces travaux.

La géométrie des corps d'épreuves devait être compatible avec un dispositif de cisaillement à simple recouvrement, qui permet d'évaluer la capacité en cisaillement d'un assemblage collé et dont le principe est décrit dans [AFG 11], [BEN 11], [CHA 11] et [CHA 09]. Les essais à simple recouvrement présentés dans ce manuscrit ont été réalisés au Département Laboratoire d'Autun (DLA) suivant un protocole rigoureux détaillé dans [CHA 10]. En effet, le programme expérimental lié aux travaux de thèse décrit dans ce document prévoit, après vieillissement « mécano-chimique » en chambre climatique, la réalisation à échéances programmées de tests de cisaillement à simple recouvrement sur des corps d'épreuve extraits de la chambre. Ces tests permettront de suivre l'évolution de la résistance résiduelle des interfaces collées.

Le chargement mécanique (de même que les conditions hygrothermique) devait être maintenu constant (avec une tolérance de +/- 1%) pour assurer des conditions de sollicitation maîtrisées des corps d'épreuve et permettre ainsi une analyse pertinente des résultats expérimentaux.

III.1.2 Dispositif expérimental – Principe de fonctionnement

Plusieurs dispositifs de fluage avec mise en charge par système de bras de levier ou par vérin hydraulique ont préalablement été proposés dans le cadre de deux stages ([NGU 09], [ARR 09]) réalisés au sein du Laboratoire Central des ponts et chaussées (LCPC) en 2009. Pour des raisons d'encombrement, le principe de système à bras de levier n'a pas été retenu.

A contrario, le principe de l'essai à double recouvrement a été choisi du fait de sa symétrie de conception et de fonctionnement propice à limiter la génération d'efforts non désirés (flexion et/ou torsion du composite). De plus, cette géométrie des corps d'épreuves à double recouvrement a été utilisée dans nombreux travaux consacrés à l'étude du comportement instantané ([DOL 98], [FER 10]) ou du comportement à long terme des joints collés béton/PRF (voir [CRO 11] pour l'étude de la durabilité ou [MES 09], [FER 11], [MEA 11] pour la caractérisation en fluage). Un dispositif innovant basé sur le principe de cisaillement à double recouvrement a donc été conçu dans le but d'étudier le comportement en fluage des joints collés béton/FRP.

Dans ce nouveau dispositif, l'effort est appliqué à l'aide d'un vérin plat hydraulique situé entre les deux blocs de béton, ce vérin écarte les blocs l'un de l'autre, ce qui génère une contrainte de cisaillement le long des interfaces béton-composites. Le montage alors réalisé est du type « montage fermé » dans le sens où aucun effort extérieur n'est mobilisé pour assurer l'équilibre du dispositif. Ce principe de chargement, présenté dans la Figure III-1 est inspiré de travaux antérieurs ([DOL 98], [SER 07], [MAT 05]). Toutefois, dans notre cas, un vérin hydraulique (sans piston), dit « vérin plat », a été utilisé, ce qui permet de réduire le poids et les dimensions globales des corps d'épreuves. Les vérins plats hydrauliques sont particulièrement adaptés à cette étude, car contrairement aux vérins à piston, ils ne comportent pas de joint d'étanchéité qui risqueraient de coller à la surface du piston dans le cas d'une utilisation maintenue sur le long terme.

Les vérins plats utilisés dans notre étude sont fabriqués par FREYSSINET. Chaque vérin est constitué d'une capsule métallique déformable qui contient deux ajutages, dont l'un permet l'injection d'huile sous pression qui écarte les deux faces du vérin. La Figure III-2 présente le schéma d'un vérin plat circulaire.

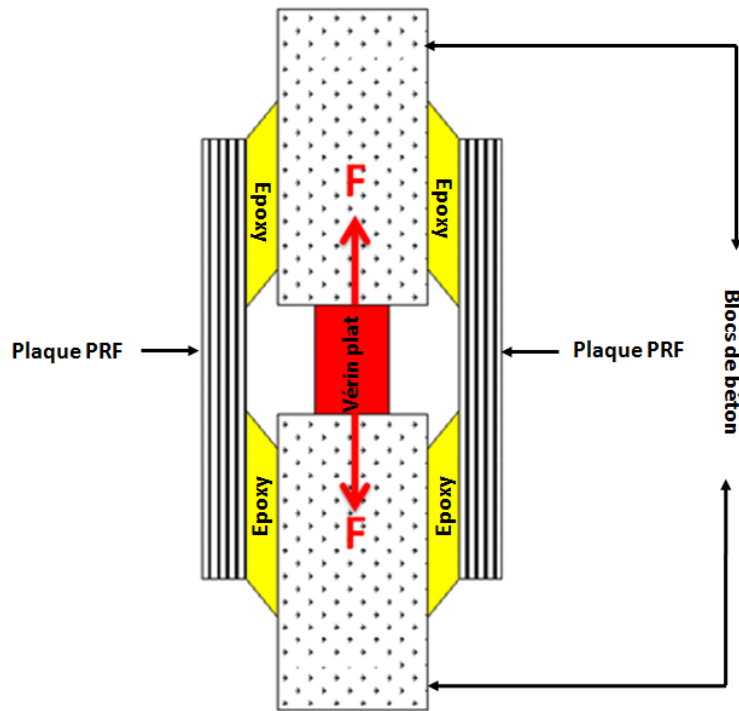


Figure III-1 Principe du dispositif de cisaillement à double recouvrement utilisant un vérin central.

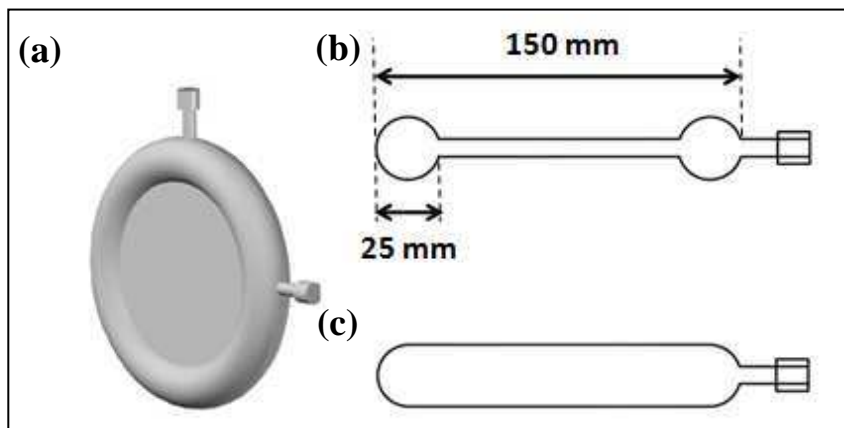


Figure III-2 Vérin plat circulaire. Vue en 3D (a), coupe avant mise en pression (b) et coupe après mise en pression (c).

III.1.3 Géométrie des blocs supports en béton – compatibilité avec l'essai du DLA

Comme précédemment évoqué, le principe de l'essai à double recouvrement implique la connexion de deux blocs en béton par deux plaques de CFRP. L'ensemble des blocs de béton et du composite collé est par la suite de ce document dénommé « corps d'épreuve ». Pour

répondre aux contraintes liées à la compatibilité des corps d'épreuve avec la machine de cisaillement du DLA, les blocs de béton utilisés pour les corps d'épreuve à double recouvrement mesurent chacun $205 \times 210 \times 415 \text{ mm}^3$. Ainsi, il devient possible de construire un bloc à partir de deux demi-blocs de dimensions $102,5 \times 210 \times 415 \text{ mm}^3$ liés deux à deux par un boulon d'ancrage métallique. Les demi-blocs reprennent la géométrie préconisée pour l'essai à simple recouvrement du DLA, et notamment celle concernant la longueur collée de composite.

Les schémas suivants illustrent la manière dont la géométrie spécifique des dispositifs de fluage à double recouvrement permet, après la période de sollicitation maintenue, de réaliser un essai (destructif) de mesure de la capacité résiduelle du joint collé. La chronologie des essais liés à la détermination de la résistance en cisaillement des interfaces collées est la suivante :

- fabrication d'un dispositif de fluage à double recouvrement en utilisant 4 demi-blocs de béton (Figure III-3), puis mise en fluage des corps d'épreuve,
- découpe des plats composites et séparation des quatre demi-blocs (Figure III-4 (a)) à échéances programmées et
- réalisation de quatre essais de cisaillement sur la machine du DLA (Figure III-4 (b)).

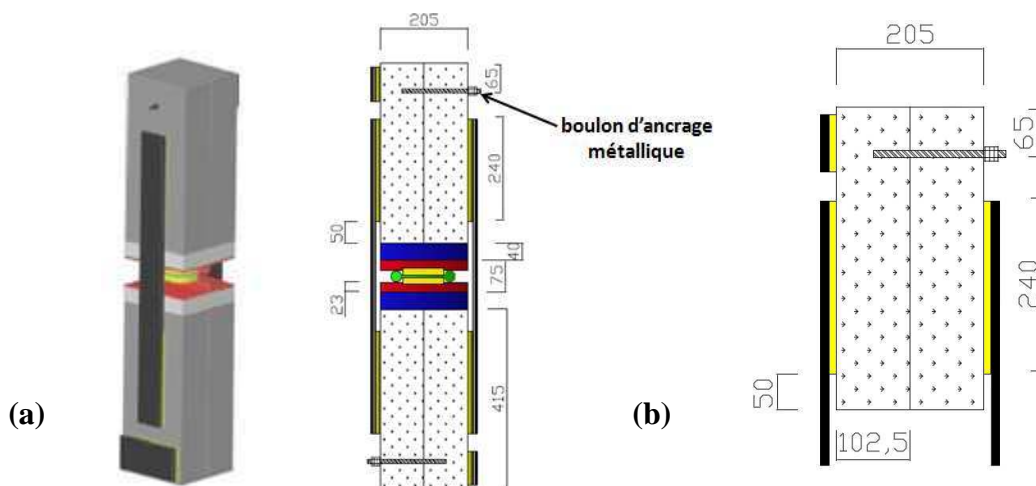


Figure III-3 Dispositif de fluage à double recouvrement (a) et principe de connexion de deux demi-blocs (b) (Dimensions en mm).

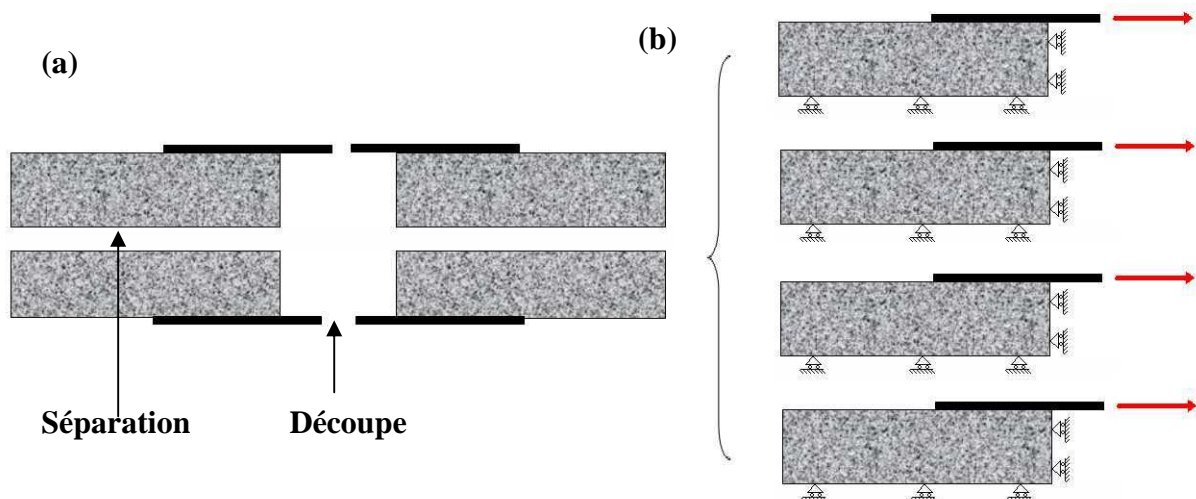


Figure III-4 Fabrication de 4 corps d'épreuve à simple recouvrement à partir d'un dispositif à double recouvrement (a) et réalisation de 4 essais de cisaillement (b).

On notera que la géométrie des demi-blocs, et notamment leur hauteur, permet de réaliser des carottages (Figure III-5) et d'extraire des éprouvettes en béton qui permettront de caractériser ce matériau aux échéances des essais de cisaillement. Cette donnée expérimentale revêt un intérêt particulier pour ce type d'essai où la rupture cohésive (dans le béton) est un mode de ruine prédominant avant tout vieillissement de l'interface ou de l'adhésif, mais où la rupture après vieillissement résulte de la compétition entre un béton qui poursuit sa maturité et une interface (ou un adhésif) qui se dégrade.

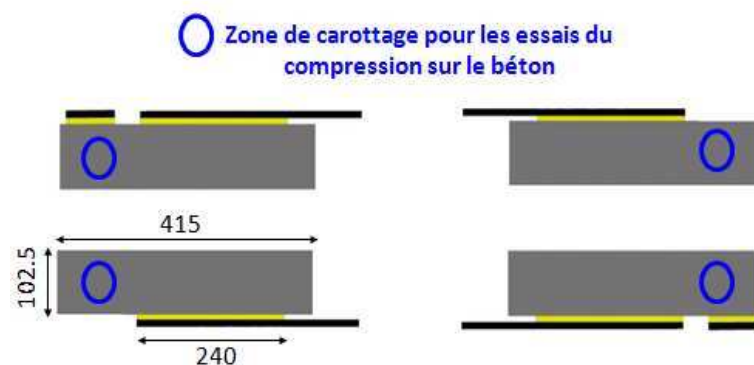


Figure III-5 Localisation des carottages pour caractérisation du béton.

III.1.4 Caractéristiques des plats composites mis en œuvre sur le prototype

Pour la réalisation d'un prototype destiné à valider le dispositif de fluage, les blocs de béton ont été reliés entre eux par des lamelles *Sika®Carbodur® S* symétriquement collées aux

faces latérales des blocs à l'aide de l'adhésif préconisé (époxy Sikadur® 30). Le Tableau III.1 résume les principales caractéristiques mécaniques des plats composites utilisés ainsi que leur géométrie. Les caractéristiques mécaniques présentées sont celles indiquées sur la fiche technique du produit [Sika®Carbodur® S]. En effet, ces plats ayant déjà été utilisés lors de précédentes actions de recherche à l'IFSTTAR qui ont confirmées les données de la fiche technique, il a été décidé de ne pas procéder à de nouvelles caractérisations.

La longueur collée sur chaque demi-bloc est de 240 mm, un retrait du collage (distance du bord de collage au bord du bloc) de 50 mm est respecté (Figure III-6). En effet, la transmission de l'effort par le joint collé entraîne une concentration de contrainte à proximité du bord chargé. Si le joint collé se termine précisément à l'angle du bloc support en béton, cette concentration de contrainte peut entraîner une rupture prématurée du corps d'épreuve (rupture en mode I, voir Figure III-7 et Figure III-8). Lorsque le bloc béton se prolonge au delà de la zone de collage, une meilleure diffusion de l'effort est assurée, renforçant ainsi la capacité du joint collé (Figure III-9 et [BENZ 11-b]).

Tableau III.1: Propriétés des plats en fibre de carbone (Sika®Carbodur® S) fournies par la fiche technique.

Description	Plaques PRFC unidirectionnelles (0°) fabriqués selon le procédé de pultrusion	
Épaisseur/Largeur	1,2 mm / 80 mm	
Fraction volumique des fibres	68 %	
Propriétés mécaniques en traction dans le sens longitudinal des fibres (EN 2561)	<i>Module d'élasticité</i>	165 GPa
	<i>Résistance en traction</i>	3 100 MPa
	<i>Elongation à rupture</i>	> 1,7 %

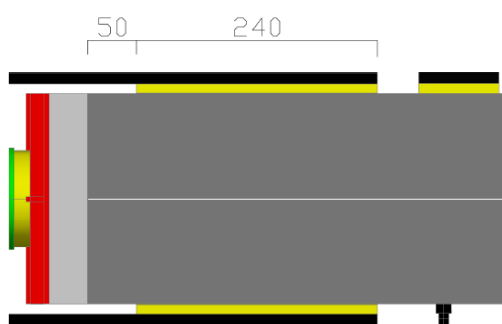


Figure III-6 Détails de la géométrie du plan de collage (Dimensions en mm).

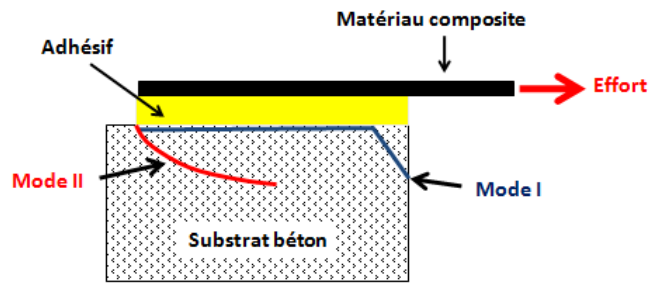


Figure III-7 Principaux modes de ruptures (mode I et mode II) d'un joint à recouvrement.



Figure III-8 Rupture en coin lors d'un essai à double recouvrement.

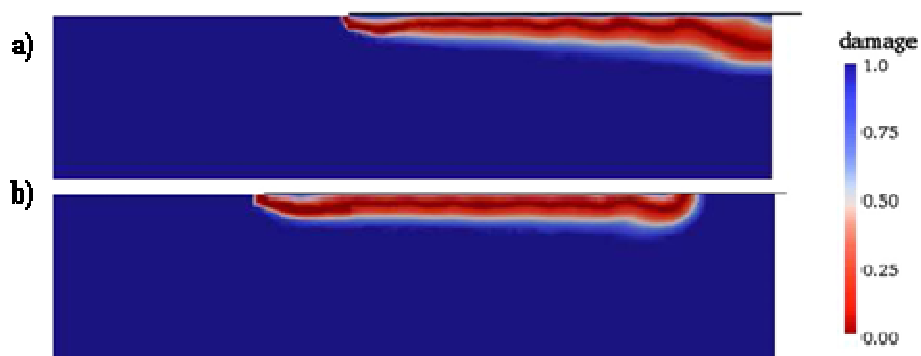


Figure III-9 Endommagement du substrat béton dans le cas d'un collage avec (b) ou sans (a) retrait (d'après [BENZ 11-b]).

Les corps d'épreuve sont destinés à l'étude de l'évolution des caractéristiques mécaniques des interfaces collées béton/FRP consécutive à un vieillissement hygrothermique sous charge. Pour étudier ce mécanisme de couplage de la sollicitation mécanique (fluage en cisaillement de l'interface) à la sollicitation environnementale (température et humidité), il a été décidé de doter les corps d'épreuve de plats collés subissant uniquement le vieillissement hygrothermique (Figure III-10). Ces plats collés supplémentaires offriront des zones de pastillage qui, testées aux échéances programmées, pourront être comparés aux résultats des

essais de pastillage sur les zones sollicitées en cisaillement. Nous disposerons ainsi d'un moyen simple de comparer les effets du vieillissement hygrothermique à ceux d'un vieillissement couplant sollicitation mécanique et hygrothermique.

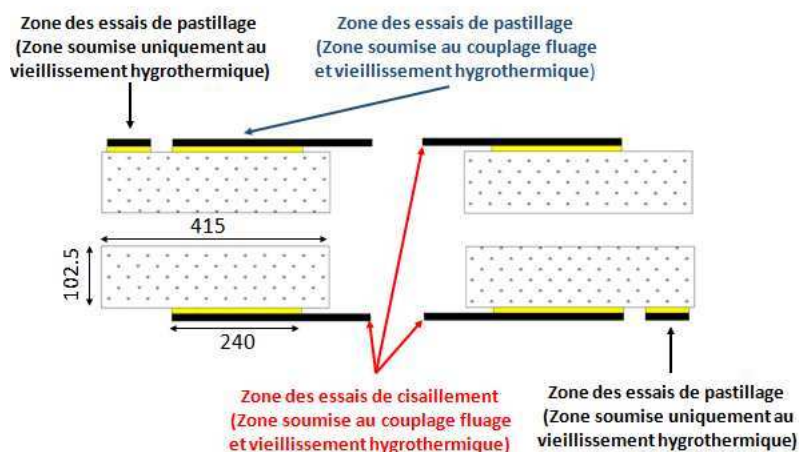


Figure III-10 Position des plats collés sollicités mécaniquement et des plats collés uniquement soumis au vieillissement hygrothermique (Dimensions en mm).

III.1.5 Dispositif expérimental – Plans de détail des pièces de transmission

La transmission de l'effort du vérin plat vers chacun des 2 blocs de béton, se fait par l'intermédiaire d'un système constitué de pièces mécaniques rigides superposées (Figure III-11) permettant une répartition quasi-uniforme de la pression sur la face du bloc en béton ainsi mise en contact. Ce système est constitué d'une galette cylindrique (Figure III-12), d'une plaque métallique dite « de transfert d'effort » en INOX (Figure III-13) et d'une cale en aluminium (Figure III-14). Ces éléments, spécifiquement fabriqués pour cet étude, ont été dimensionnés au moyen du logiciel CESAR-LCPC-3D avec comme contrainte de rester peu déformable sous un effort maintenu sollicitant l'interface collée à 70% de sa résistance en cisaillement (cette limite sera précisée plus tard dans ce document).

La galette et la plaque de transmission sont destinées à transmettre l'effort sur l'ensemble de la face inférieure du bloc béton, alors que la cale en aluminium permet de conserver une longueur de composite non collé suffisante pour la fabrication de quatre corps d'épreuve à simple recouvrement (l'essai mené sur ces corps d'épreuve nécessitant une longueur non collée suffisante pour y fixer une jauge et assurer l'accroche des mors de traction).

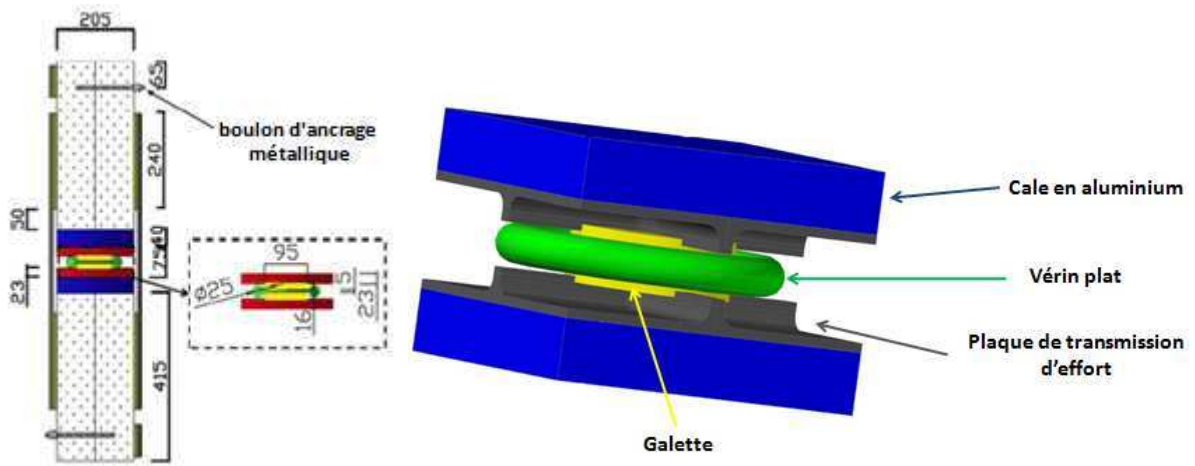


Figure III-11 Dispositif de fluage des interfaces et détail du dispositif de transmission de l'effort (dimensions en mm).

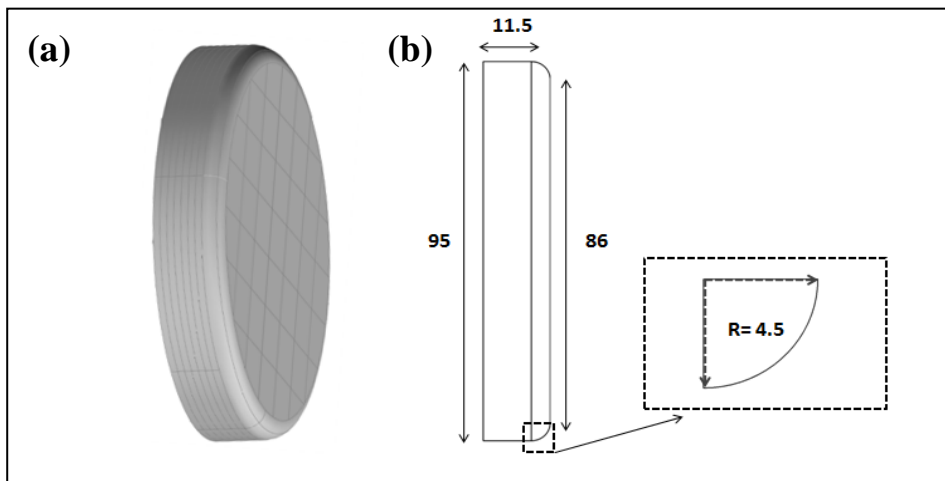


Figure III-12 Galette cylindrique : vue 3D (a) et dimensions en mm (b).

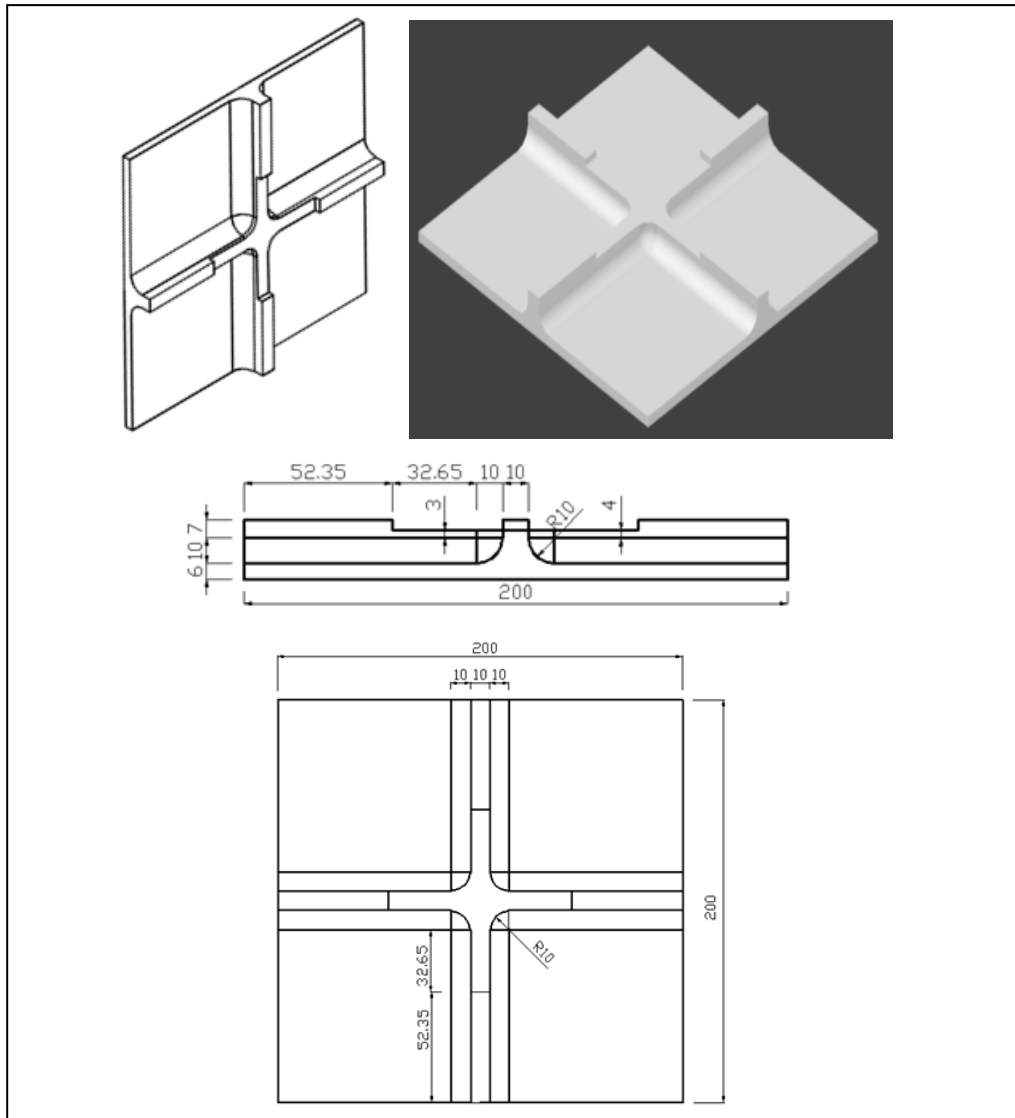


Figure III-13 Plaque de transmission d'effort : géométrie et dimensions en mm.

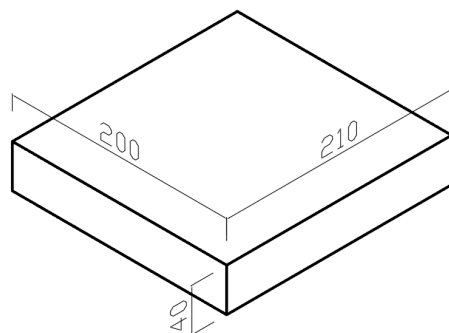


Figure III-14 Cale en aluminium : géométrie et dimensions en mm.

III.1.6 Capacités du dispositif de chargement

Comme décrit préalablement, l'effort est appliqué dans le dispositif par un vérin plat. La course maximale du vérin, dans le cadre d'une utilisation normale, est limitée au diamètre du bourrelet (25 mm dans notre cas, voir Figure III-2 (b)). Cette course maximale définit la limite du déplacement relatif des blocs supports en béton.

On notera que l'ouverture du vérin n'est pas uniquement conditionnée par la pression hydraulique appliquée, mais dépend de la rigidité du système sur lequel il s'applique. Autrement dit, la rigidité du vérin est faible devant celle du dispositif.

Le vérin présente un diamètre extérieur de 150 mm (Figure III-2 (b)). L'effort exercé par un vérin plat sur l'un des deux blocs de béton peut être calculé par la formule suivante :

$$F = P \cdot S \quad \text{(III.1)}$$

P et S étant respectivement la pression et la surface utile du vérin.

La surface utile du vérin dépend de son ouverture et du type de plaques de poussées utilisés. Dans notre cas, la capacité nominale du vérin est de 150 kN (selon le fournisseur).

III.2. Réalisation d'un prototype de banc de fluage

Dans le but de valider la conception générale du dispositif de fluage, sa faisabilité pratique, mais aussi pour tester une variante de cette conception à deux blocs (et non quatre demi-blocs), un prototype de banc de fluage a été construit puis testé. Celui-ci permet de plus d'expérimenter le principe d'un circuit hydraulique partagé pour la mise en pression de plusieurs dispositifs.

Pour des raisons de facilité de lecture, nous utiliserons par la suite le terme « prototype » pour désigner ce prototype de banc de fluage.

III.2.1 Spécificités du prototype

La future campagne de caractérisation des effets du vieillissement sur les joints collés impliquant la sollicitation mécanique simultanée de nombreux dispositifs, un prototype de banc de fluage mettant en charge trois corps d'épreuves a été construit. La géométrie des deux corps d'épreuve fabriqués à partir de demi-blocs est présentée sur la Figure III-15. Le troisième corps d'épreuve, fabriqué à partir de deux blocs est représenté sur la Figure III-16.

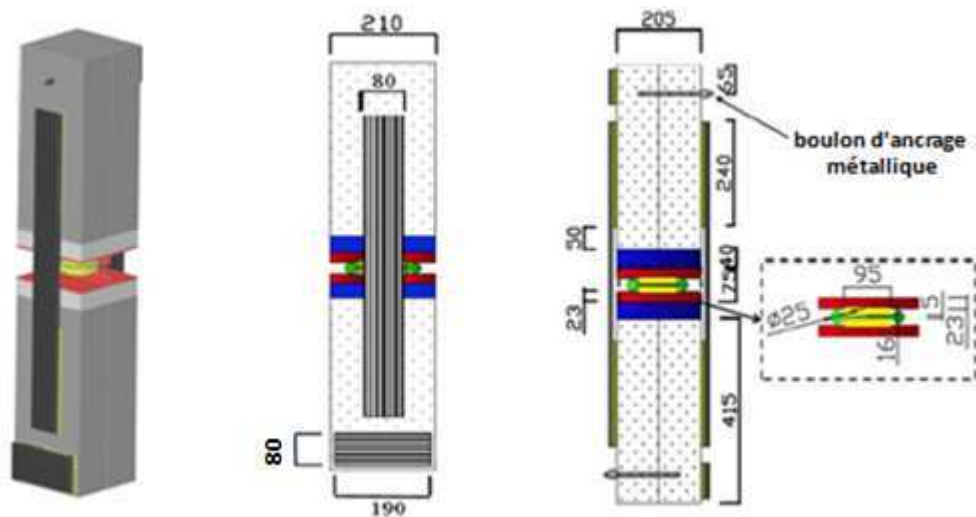


Figure III-15 Géométrie globale et dimensions (en mm) des corps d'épreuve fabriqués avec quatre demi-blocs.

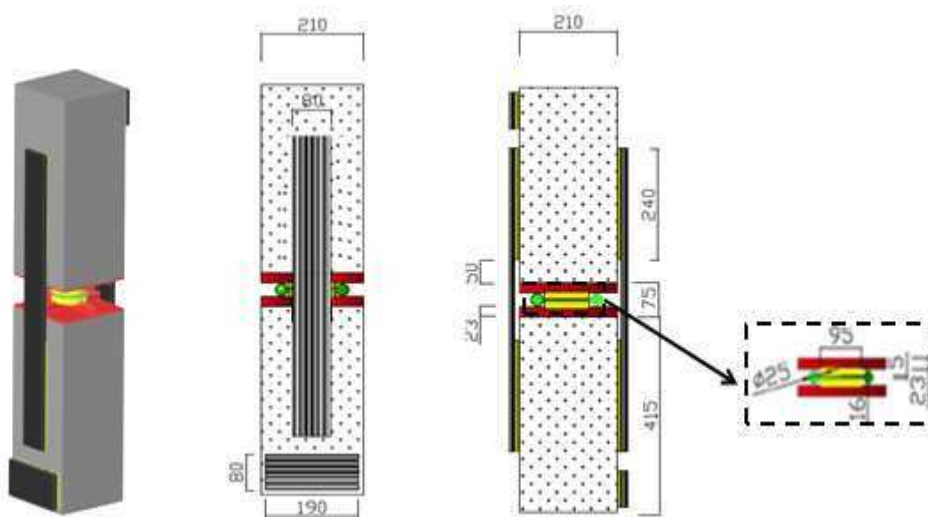


Figure III-16 Géométrie globale et dimensions (en mm) des corps d'épreuve fabriqués avec deux blocs.

Le prototype est composé de 3 corps d'épreuve sollicités en fluage par 3 vérins plats soumis à une pression hydraulique. Le niveau de pression a été calculé pour solliciter les interfaces collées à 30% de leur contrainte ultime en cisaillement. Le schéma de principe du prototype, incluant le circuit hydraulique est présenté sur la Figure III-17. La description du circuit hydraulique fait l'objet d'un paragraphe spécifique dans la suite de ce manuscrit.

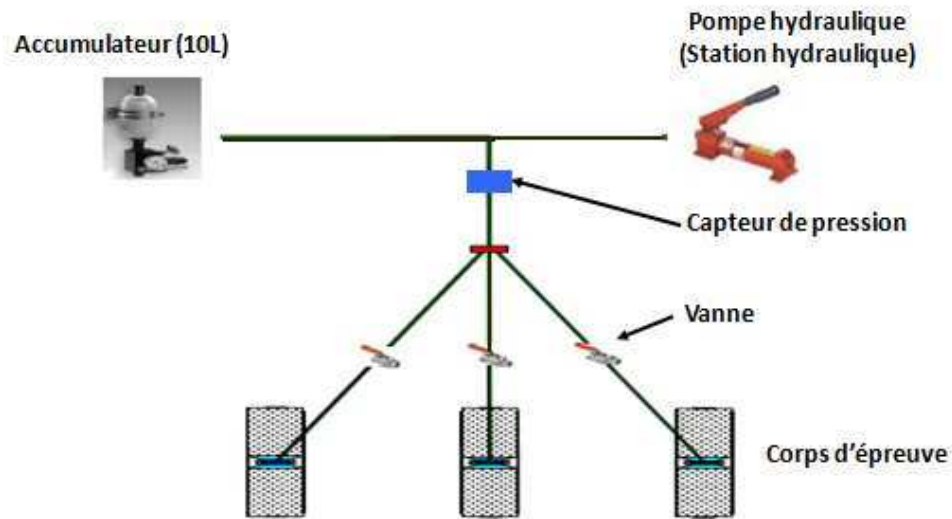


Figure III-17 Plan de principe du prototype.

III.2.2 Description des phases de fabrication des dispositifs

Les trois corps d'épreuves ont été fabriqués au Département Laboratoire d'Autun. Nous en décrivons dans cette section les phases pratiques de fabrication.

Les huit demi-blocs ainsi que les deux blocs de béton ont été coulés puis soumis à une cure à température ambiante pendant 30 jours. Les demi-blocs ont ensuite été liés deux à deux à l'aide d'un boulon d'ancrage métallique afin d'obtenir quatre blocs solidaires (Figure III-18). Par la suite nous utiliserons l'expression « bloc assemblé » pour désigner un bloc constitué de deux demi-blocs.



Figure III-18 Assemblage des demi-blocs de béton pour obtenir un seul bloc solide.

Une fois les blocs arrivés à maturité, la première étape de la préparation de surface du béton a été réalisée par ponçage au disque diamant (Figure III-19) des zones destinées à être collées au composite, conformément aux pratiques de l'entreprise SIKA France et aux

recommandations de l'AFGC [AFG 11]. Ensuite les faces ponçées ont été nettoyées.



Figure III-19 Ponçage de surface du béton à l'aide d'une disqueuse.

Les faces supérieures et inférieures des blocs ont été meulées afin d'en assurer la planéité, notamment pour les blocs assemblés, et établir ainsi un meilleur contact entre les blocs et les cales en aluminium.

Les éléments constituant le dispositif (blocs supports en béton, éléments de diffusion de l'effort, cales et vérin) ont été assemblés puis alignés avec soin en utilisant notamment des cornières métalliques serrées aux blocs de béton par des sangles de serrage (Figure III-20). Ce gabarit d'alignement reste en place pendant toute la période de collage des renforts et de polymérisation de l'adhésif utilisé.



Figure III-20 Assemblage et alignement des éléments constitutifs d'un dispositif.

Préalablement au collage et pour assurer un positionnement précis du composite, on a procédé

- au traçage des zones de collage sur les blocs de béton,
- à la mise en place de réservations (constitués de films adhésifs) afin de créer un retrait, c'est à dire une distance (de 50 mm) entre le bord du bloc de béton et le bord de collage (se référer à la (Figure III-6),
- au collage d'un support, composé d'une cale en bois, permettant d'éviter le glissement des renforts collés (le dispositif restant « debout » pendant le collage),
- et enfin à un dépoussiérage par aspiration (aspirateur industriel).

Le dispositif, ainsi préparé avant collage est présenté sur la Figure III-21.

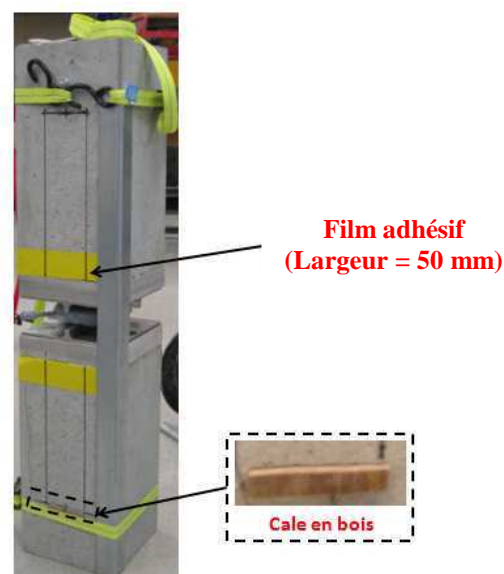


Figure III-21 Dispositif avant collage des plats en composite.

Les lamelles *Sika®CarboDur® S* ont ensuite été découpées au disque diamant à tronçonner

- à la longueur de 735 mm préalablement définie (Figure III-3) pour les renforts impliqués dans le fonctionnement à double recouvrement
- et à la longueur de 190 mm pour les zones destinées au pastillage (Figure III-10).

Les surfaces des lamelles ont été ensuite dégraissées et nettoyées avec le Nettoyant Sikadur.

L'adhésif a été préparé en mélangeant, à vitesse lente, les deux composants (résine et durcisseur) du kit de la colle époxy bi-composante Sikadur® 30 avec un malaxeur muni d'une hélice hélicoïdale. Le malaxage se termine dès l'obtention d'un produit uniforme gris clair.

L'adhésif est réparti sur le béton et sur la lamelle de façon à réaliser un double encollage. Les renforts sont positionnés à la main sur le support béton, puis une pression est exercée sur la lamelle avec un rouleau maroufleur de façon à provoquer un reflux de colle sur les bords de la lamelle. Cet excès est enlevé avec une spatule. Du fait du faible poids des lamelles et à la thixotropie de la résine, il n'a pas été utile de maintenir une pression sur les lamelles jusqu'à la polymérisation de la colle.

La Figure III-22 présente un corps d'épreuve réalisé après le collage des renforts composite.

L'ensemble des opérations liées au collage des plats, c'est à dire les préparations de surface, la confection de la colle et son application a été effectuée par un agent du Département Laboratoire d'Autun conformément aux recommandations de l'entreprise SIKA France SA.



Figure III-22 Aspect final d'un corps d'épreuve.

III.2.3 Instrumentation liée au prototype

Une instrumentation spécifique par jauges de déformation a été installée sur la face supérieure des deux plats de renfort d'un des trois corps d'épreuves mis en charge par le prototype. Cette instrumentation est destinée à suivre l'évolution des profils de déformation durant la mise en charge initiale puis pendant la durée de l'essai de fluage. Pour être en mesure de rendre compte du profil de déformation des plats collés, les jauges doivent être placées de manière concentrée à proximité du bord chargé du joint afin de pouvoir y capturer le phénomène de concentration de contrainte (Völkersen 1938). Les jauges de déformation ont été collées symétriquement sur

les deux plats PRF opposés (plat A et plat B, voir Figure III.23) : sur chacun de ces plats, cinq jauges ont été placées le long du joint (jauges J1 à J5) et une jauge a été placée dans la partie centrale non collée (jauge JC). Signalons qu'une telle jauge, localisée au milieu du plat composite a été systématiquement collée sur tous les plats de tous les corps d'épreuve. Les jauges J1 à J5 se situent respectivement à 5, 15, 50, 90 et 135 mm du bord sollicité du joint. Les longueurs des jauges sont respectivement 5 mm pour les jauges J1 et J2 et 10 mm pour les jauges J3 à J5. Les jauges, collées selon les consignes de la fiche technique (Figure III-23) ont été reliées à une centrale d'acquisition.

Les 3 corps d'épreuve du prototype sont sollicités par 3 vérins plats reliés à un circuit hydraulique. La pression y est surveillée par un mano-contacteur connecté à la centrale d'acquisition.

La centrale d'acquisition est une centrale FRONTDAQ : FD20, paramétrée avec le logiciel FRONTSOFT et possédant 20 entrées analogiques. Elle est dotée d'une mémoire interne de 256 MB permettant d'acquérir un grand nombre de données, éventuellement pendant plusieurs mois si une fréquence d'acquisition adaptée est programmée.

Le plan de principe de l'instrumentation du prototype et de sa connexion à la centrale d'acquisition est présenté sur la Figure III-24.

Lors de l'expérimentation menée sur le prototype, et dont les résultats sont décrits dans la suite de ce chapitre, la fréquence d'acquisition fut tout d'abord de 1Hz pendant la phase de chargement et les 3 première heures de fluage. Ensuite, une acquisition fut réalisée toutes les 30s pendant les 3 jours qui suivirent et enfin, l'intervalle entre deux acquisitions fut de 1000s sur le reste de l'essai de fluage.

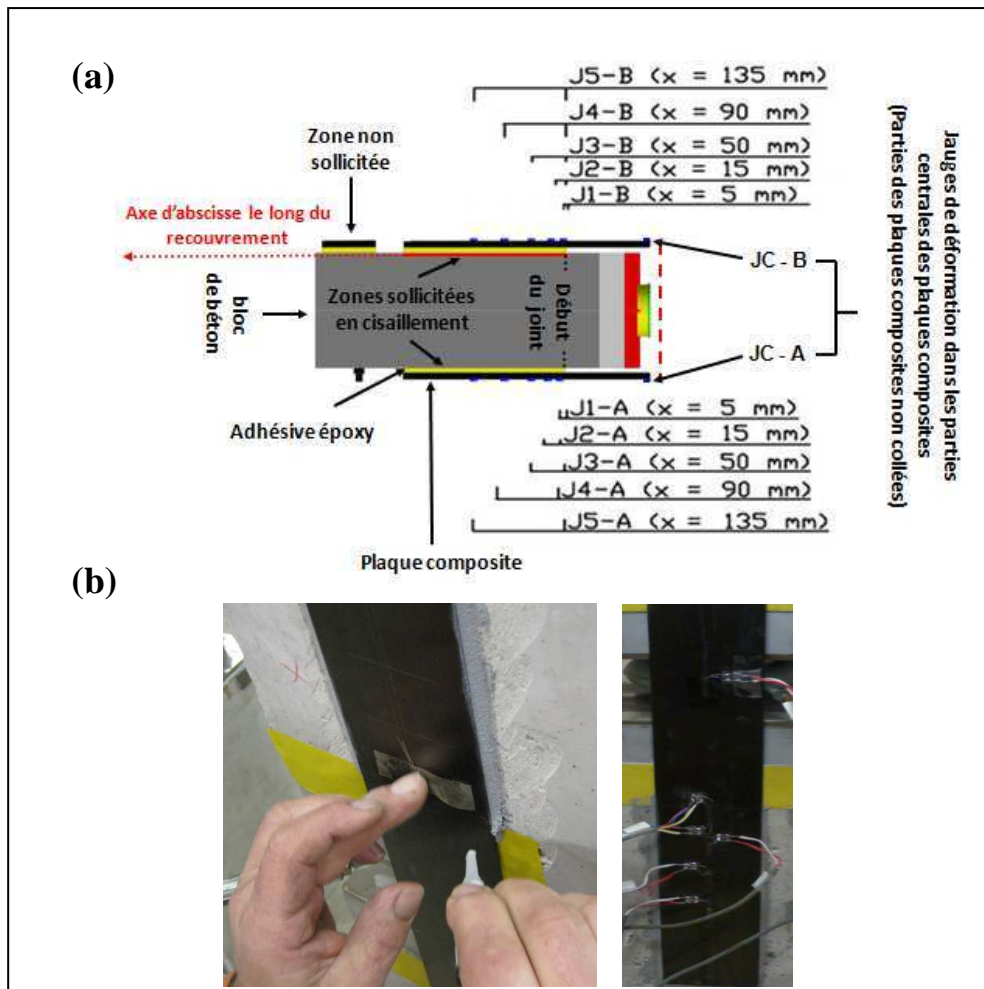


Figure III-23 Instrumentation des corps d'épreuves par des jauges de déformation : Positions des jauges (a), Collage des jauges (b).

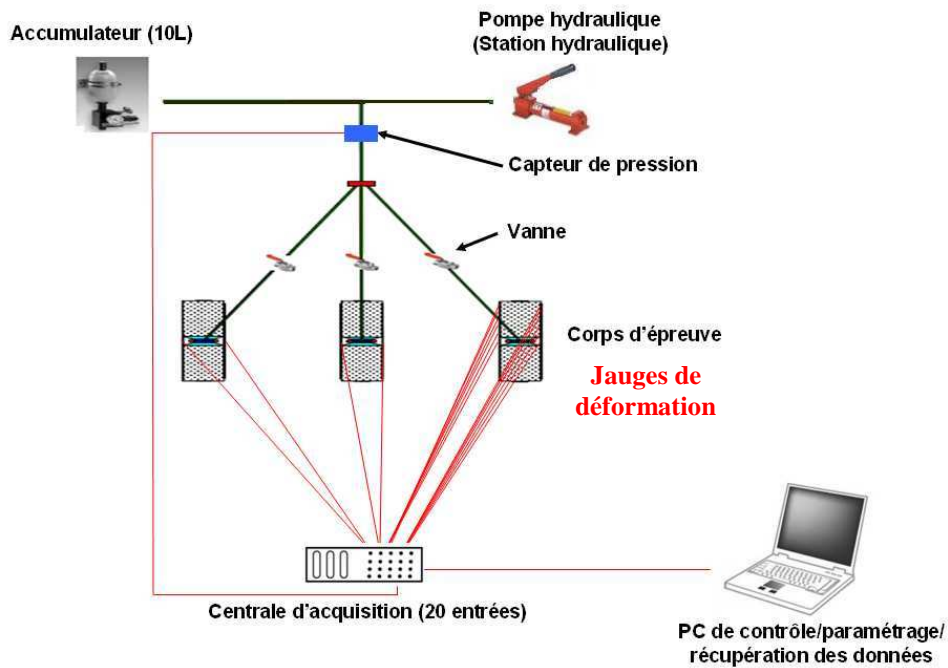


Figure III-24 Schéma de principe du système d'instrumentation et d'acquisition.

III.2.4 Système hydraulique et chargement de fluage du prototype

Ce paragraphe a pour but de fournir les principales caractéristiques techniques du circuit hydraulique et vise à décrire les phases de sa mise en place.

L'essai de fluage, tel que défini, consiste à solliciter l'interface collée béton/composite à 30 % de sa résistance en cisaillement. De précédents essais réalisés au Département Laboratoire d'Autun sur des joints collés à simple recouvrement identiques à ceux qui peuvent être issus de nos corps d'épreuves (même procédés et même surface collée voir [CHA 09]), ont montré qu'il est nécessaire d'exercer un effort de traction d'approximativement 70 kN sur la zone non collée pour amener le joint à sa rupture (pour rappel, l'essai d'Autun est réalisé sur un corps d'épreuve à simple recouvrement).

Le fonctionnement du dispositif de fluage implique que le vérin applique un effort, noté F , sur chacune des facettes des deux blocs de béton en contact avec les plaques de transmission d'effort (Figure III-25). Cette poussée du système hydraulique est équilibrée par la traction des plats composites en partie non collée, qui reprennent chacun un effort d'intensité $F/2$ (Figure III-25).

La traction des plats entraîne la sollicitation en cisaillement des deux interfaces collées qui résistent ainsi à l'effort appliqué. Pour solliciter les interfaces à 30% de leur résistance lors de l'essai de fluage, il est donc nécessaire d'appliquer un effort F_{flu} de 23,036 kN.

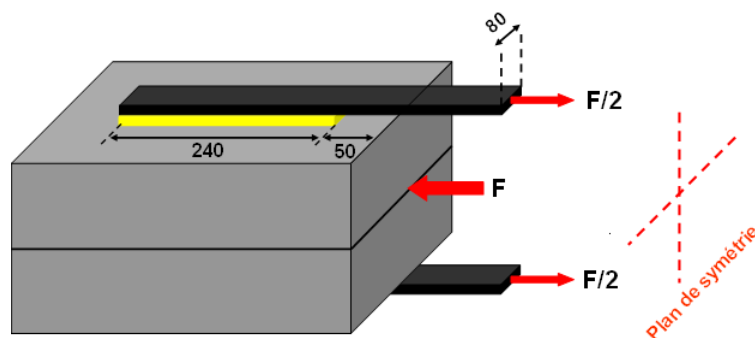


Figure III-25 Equilibre des efforts extérieurs du système mécanique formé par un demi-corps d'épreuve.

L'effort appliqué au bloc support en béton est transmis par l'intermédiaire de la galette cylindrique et des plaques métalliques (voir Figure III-11). Comme la galette métallique est en contact avec le vérin plat, l'effort à appliquer au bloc se calcule simplement suivant :

$$F_{flu} = S_{galette} \cdot P_{hyd,flu} \quad (III.2)$$

Où $S_{galette}$ et $P_{hyd,flu}$ représentent respectivement la surface de la galette (7088 mm²) et la pression d'huile dans le vérin.

L'équation III.2 permet de calculer la pression d'huile $P_{hyd,flu}$ à maintenir dans le vérin lors de l'essai de fluage. Celle-ci doit donc s'élever à 32,5 bars ($P_{hyd,flu} = 3,25$ MPa).

Les trois corps d'épreuves à double recouvrement impliqués dans le prototype sont sollicités simultanément en fluage grâce à un système hydraulique centralisé constitué d'un accumulateur et d'une pompe hydraulique.

Les vérins sont initialement mis en charge à l'aide d'une pompe manuelle. Lorsque la pression de service des vérins est atteinte, cette pompe est isolée du circuit hydraulique. La pression est ensuite réglée dans le circuit hydraulique par un accumulateur hydraulique d'une capacité de 10 l. Ce dernier compense la perte de pression due à l'ouverture des vérins, elle même consécutive à l'éloignement relatif des blocs supports en béton du fait de la déformation de fluage de la couche adhésive.

Chaque flexible liant chaque vérin est muni d'une valve individuelle permettant d'isoler le vérin du circuit hydraulique. Cela permet éventuellement d'intervenir sur un des vérins en cas de problème (fuite d'huile, ...) et de désolidariser un corps d'épreuve lorsque se présente l'échéance impliquant de le tester individuellement à rupture.

On rappelle qu'un schéma de principe du prototype est fourni sur la Figure III-17. L'aspect final du banc prototype est présenté sur la Figure II-26.



Figure III-26 Prototype du banc de fluage sollicitant 3 corps d'épreuves.

III.3. Etapes de validation du prototype de banc de fluage

Le prototype de banc de fluage a été installé dans la chambre climatique du Département Laboratoire d'Autun à une température contrôlée de 25°C et à une humidité relative de 50%. Il a ensuite été mis en charge. L'essai de fluage a été réalisé sur une période d'un mois. Les signaux issus des jauges de déformation, la pression hydraulique dans le circuit, la température et le taux d'humidité de la salle ont été enregistrés en permanence.

Dans cette section, nous présentons les principaux résultats expérimentaux acquis lors de cet essai et les analysons avec comme premier objectif de conclure sur la qualité de fonctionnement du prototype. Le comportement vis-à-vis du fluage sera plus spécifiquement analysé dans la section suivante, lorsque les mesures relatives au comportement à long terme seront confrontées à notre modélisation.

III.3.1 Vérification de la stabilité des conditions de sollicitation et de la symétrie de comportement du corps d'épreuve

Les différentes phases de fabrication des corps d'épreuve (le coulage des blocs supports en béton, les phases de fabrication du dispositif à double cisaillement dont la technique d'assemblage des demi-blocs et de collage des composites et enfin les problèmes liés à la maintenance et l'entreposage des échantillons) ont été autant de difficultés à surmonter et d'opérations à optimiser. Afin de valider le résultat final de ces travaux, et donc de retenir pour la suite de cette étude les principes constitutifs du dispositif expérimental tel que décrit

précédemment, il était nécessaire de vérifier :

- que le prototype de banc de fluage permet un maintien stabilisé de la charge appliquée à long terme sur un dispositif à corps d'épreuve multiple,
- que la salle de vieillissement offre des conditions de température et d'humidité constantes,
- que le comportement du corps d'épreuve est conforme, à sa symétrie de conception (quatre joints semblables et identiquement sollicités) ainsi qu'aux prédictions produites par la modélisation.

Pour ce dernier aspect, nous nous livrerons en premier lieu à un calcul de la réponse élastique immédiate du joint collé. Le modèle analytique de Völkersen ayant été de nombreuses fois confronté avec succès à différents résultats expérimentaux (par exemple [CHA 09]), notre démarche consiste donc à comparer :

- le comportement observé des joints collés du prototype à la prévision du modèle de Völkersen pour valider la conformité des résultats expérimentaux (i.e. vérifier qu'il n'existe pas de paramètres expérimentaux non maîtrisés modifiant de manière sensible la qualité de l'essai mené).
- les résultats d'une modélisation aux éléments finis (EF) à ceux du modèle de Völkersen pour valider le modèle numérique.

De plus, une concordance satisfaisante de l'ensemble des résultats (modélisation EF, modèle de Völkersen et les mesures expérimentales) permettrait de conclure à la qualité de l'essai et de la modélisation aux éléments finis associée.

i) Maintien de l'effort et de la température

Pour vérifier la cohérence de l'essai mené vis-à-vis du cahier des charges initial, nous avons tout d'abord vérifié la stabilité des conditions de sollicitation. La Figure III-27 présente respectivement le suivi de la pression d'huile dans le circuit hydraulique et la variation de la température dans la chambre climatique durant l'essai. Sur cette période, on peut constater que la pression hydraulique a été quasi-constante, présentant une valeur moyenne (sans prendre en compte l'étape de chargement) de 32,52 bars et un écart type de 0,18 bar. Ces valeurs valident la capacité du système hydraulique vis-à-vis de l'exigence du maintien d'une pression de 32,5 bars \pm 1%.

Un système de régulation de température a été fabriqué à base de composants industriels (chauffage d'appoint, contacteur, thermocouple, thermorégulateur) avec comme objectif de maintenir la température de la chambre climatique à 25°C. Aucun dispositif de maintien de l'humidité relative de la salle n'a été mis en œuvre. Sur la Figure III-27, il est aussi possible de constater que la température de la chambre climatique a été maintenue de manière satisfaisante au cours de l'essai avec une valeur moyenne de 25,02 °C et un écart type de 0,3°C.

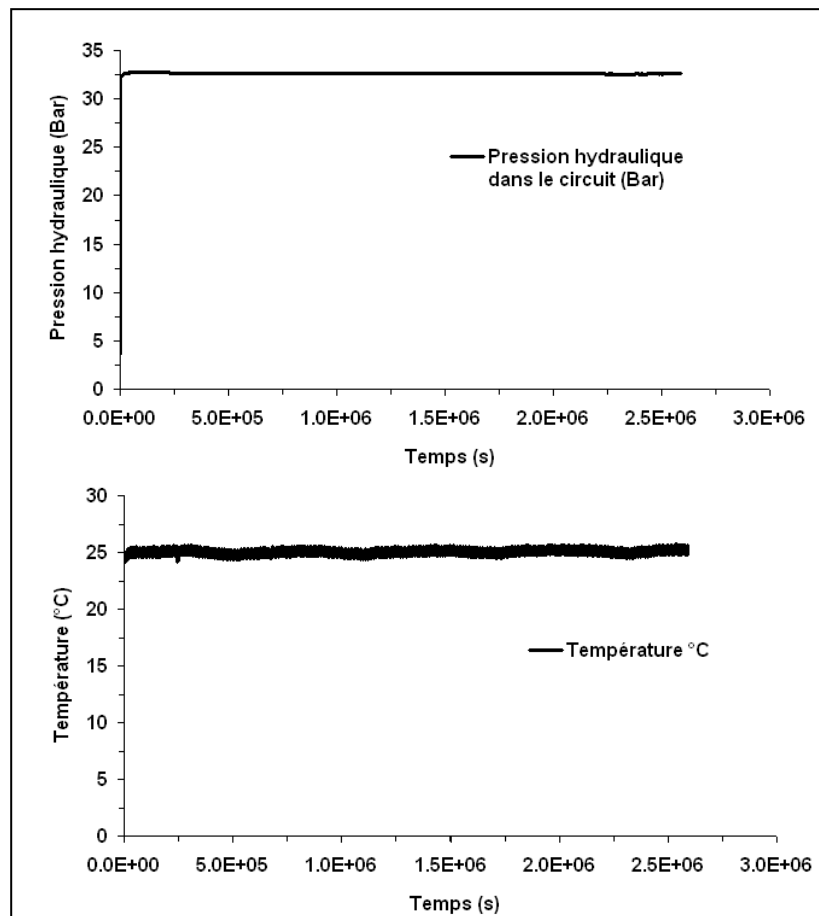


Figure III-27 Suivi de la pression hydraulique dans le circuit et de la température de la chambre climatique.

ii) Vérification de la symétrie du comportement immédiat des corps d'épreuves

De par sa conception, le système testé doit solliciter quatre joints collés de manière identique. Une première validation du fonctionnement de ce système consiste donc à en vérifier la symétrie de comportement.

Les valeurs des déformations mesurées sur les plats composites au droit des parties non

collées des deux corps d'épreuve fabriqués à partir de demi-blocs (jauges JC, voir Figure III.23) sont présentées sur le Tableau III.2. A partir de ces valeurs, il est possible de calculer les efforts repris par chaque plat composite, selon :

$$F = E_{PRFC} \cdot \epsilon_{PRFC} \cdot S_{PRFC} \quad (III.3)$$

E_{PRFC} , S_{PRFC} et ϵ_{PRFC} étant respectivement le module d'Young, la surface et la déformation longitudinale de la plaque composite.

Les valeurs des efforts ainsi calculées sont reportées dans le Tableau III.2. Il est cependant important de noter que la valeur du module d'élasticité du PRF de 165 GPa, utilisée dans le calcul, est une valeur moyenne et que la valeur minimale garantie de ce module est de 160 GPa [Sika®Carbodur® S]. Il existe alors une incertitude de 3,1 % lors du calcul de l'effort repris par chaque plat composite. En complément des valeurs des efforts, le Tableau III.2 présente donc la différence (en pourcentage) entre les valeurs de l'effort déduite à partir des mesures de jauges de déformation et la valeur de 11,52 kN calculé lors de la conception du dispositif de sollicitation. L'incertitude sur le module du composite amène donc à considérer qu'un pourcentage inférieur à 3,1 % est acceptable. Suivant ce raisonnement, il apparaît alors que l'effort repris est cohérent avec la conception du dispositif. Cette constatation indique que l'effort de flexion du plat non collé, inhérent aux systèmes à double recouvrement [NGU 09] reste négligeable.

Tableau III.2: Déformations mesurées par les jauges positionnées sur les plats composites au droit des parties non collées.

	<i>Corps d'épreuve 1</i>		<i>Corps d'épreuve 2</i>	
	<i>Face A</i>	<i>Face B</i>	<i>Face A</i>	<i>Face B</i>
ϵ_{PRFC} (μdef)	742	754	747	743
F (kN)	11,75	11,94	11,83	11,77
<i>Incertitude (%)</i>	2	3,6	2,71	2,2

Les mesures obtenues par les deux jauges de déformation collées sur les plats en composite au droit des parties non collées d'un même corps d'épreuve sont identiques, ce qui valide l'hypothèse de comportement élastique instantané symétrique des corps d'épreuves à double recouvrement réalisés dans le cadre de cette étude.

La mesure des jauges de déformation collées le long des deux plats opposés d'un même corps d'épreuve permet de tracer le profil de déformation au droit des joints collés. Les profils enregistrés après la mise en charge sont présentés sur la Figure III-28. Sur cette figure, il apparaît que les jauges placées symétriquement mesurent des valeurs proches, indiquant ainsi un comportement globalement symétrique du joint.

Les valeurs, fournies par les jauges les plus proches du bord chargé (jauge J1-A et J1-B) diffèrent nettement. Cependant, le gradient de déformation est tellement important dans cette zone que l'écart constaté peut être attribué à (une faible) différence de positionnement de ces jauges, ou du front de colle. On estime qu'il existe une incertitude (± 1 mm) du positionnement exacte des jauges et une incertitude un peu plus importante concernant la position du bord de collage, puisque la couche adhésive est écrasée lors de la mise en place des plats composites.

A partir des mesures présentées dans ce paragraphe, il est possible de conclure à une symétrie de comportement satisfaisante du système lors de sa mise en charge.

La Figure III-28 indique des valeurs des déformations très faibles pour les jauges situées respectivement à 90 et 135 mm du bord collé (ces valeurs sont largement inférieures à celles enregistrées par les jauges situées respectivement à 5, 15 et 50 mm). Ce résultat montre que l'effort de traction est déjà presque totalement transmis aux plaques de renfort dans les 90 mm premiers millimètres du bord du joint collé. Il apparaît donc que seule une partie de la longueur du joint collé est effectivement sollicitée et participe à la transmission des efforts (i.e. la longueur d'ancrage). Ce résultat est cohérent avec la longueur d'ancrage connue pour ce type de système de renfort (voir aussi les calculs de longueur d'ancrage du paragraphe III.4.3).

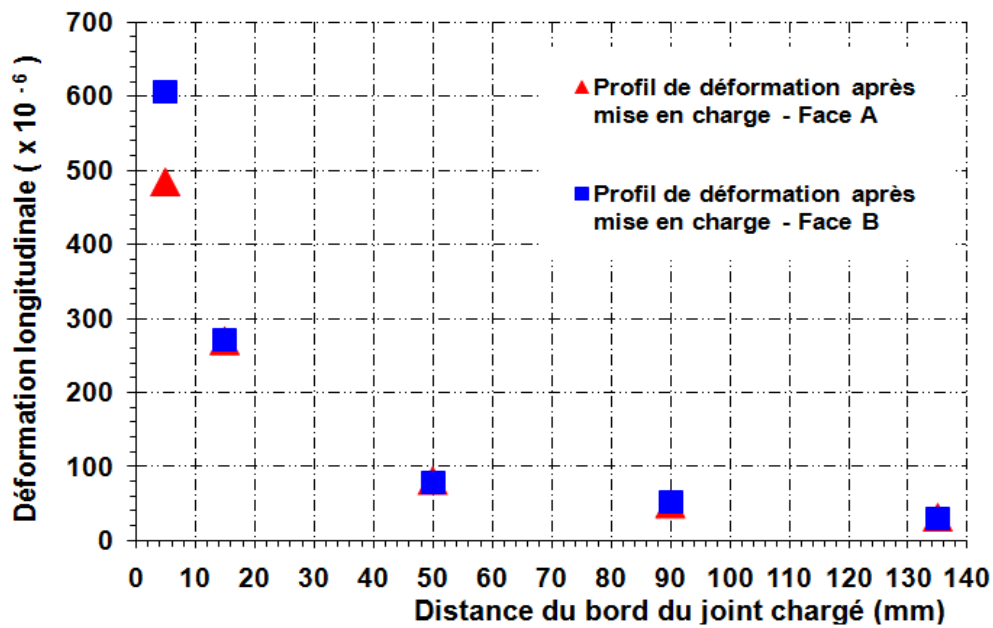


Figure III-28 Profils de déformation enregistrés sur les deux facettes opposées (A et B) d'un même dispositif après mise en charge.

iii) Vérification de la symétrie du comportement à long terme des corps d'épreuves

Pour analyser le comportement de fluage des joints collés, il est possible de se reporter à la Figure III-29 sur laquelle sont présentées les courbes d'évolution de la déformation en fonction du temps. Ces mesures ont été acquises par les jauges collées sur les facettes supérieures des plats en PRF. Sur cette figure, il apparaît que des mesures initialement proches (i.e. proches après la mise en charge) évoluent de manières similaires. Le prototype continue donc de fonctionner de manière symétrique à long terme, sans solliciter de manière sensible un joint différemment de l'autre.

Cette constatation est confortée par la Figure III-30 où sont représentés les profils de déformation enregistrés sur les deux facettes opposées (A et B) d'un même dispositif après un mois de fluage.

De plus, les jauges situées dans la partie centrale des plats composites (JC-a et JC-b, au droit du composite non collé) montrent des évolutions extrêmement faibles de la déformation ce qui confirme que le fluage du composite reste un phénomène négligeable vis-à-vis du fluage de l'interface collée.

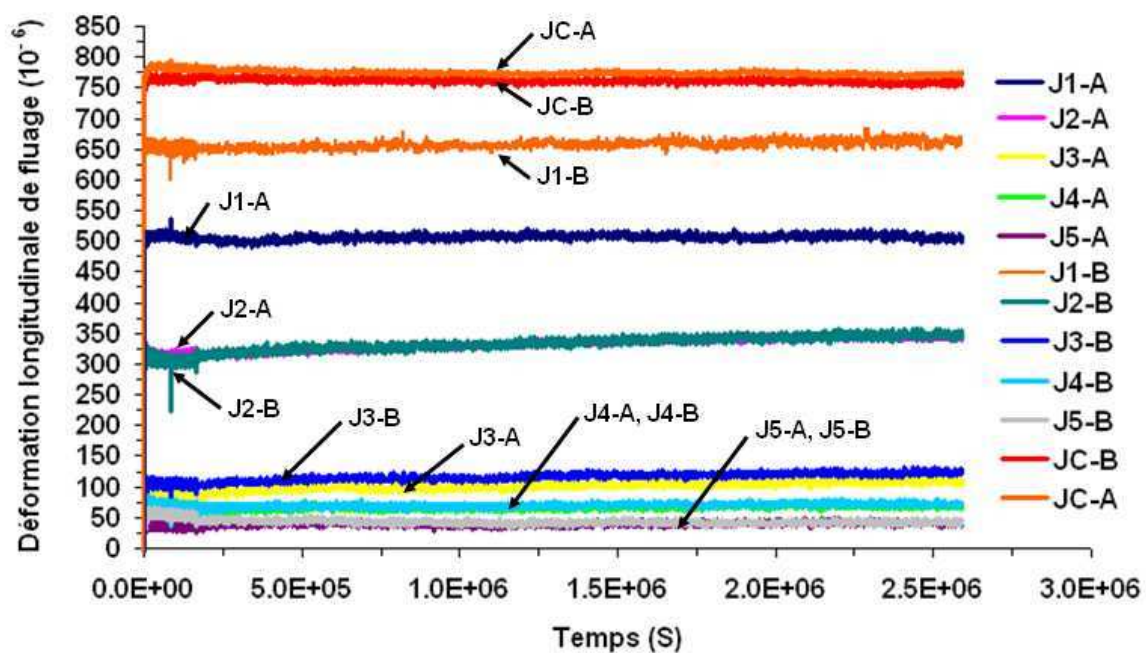


Figure III-29 Evolutions des déformations enregistrées par les jauges de déformations collées sur les deux facettes opposées (A et B) durant un mois de fluage à une température de 25°C.

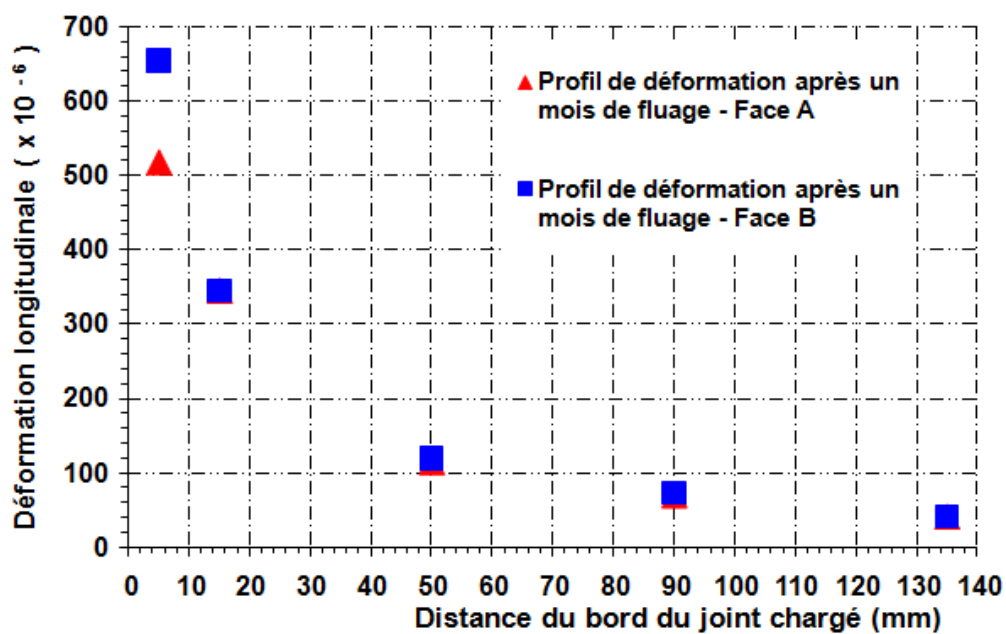


Figure III-30 Comparaison entre des profils de déformations longitudinales enregistrés sur le composite après un mois de fluage.

III.3.2 Vérification de la compatibilité des corps d'épreuve avec l'essai de cisaillement à simple recouvrement du Département Laboratoire d'Autun

Comme précédemment évoqué, le programme expérimental devant faire suite aux travaux de thèse décrit dans ce document prévoit, après vieillissement « mécano-chimique » des joints collés en chambre climatique, de réaliser des tests de cisaillement à simple recouvrement sur les corps d'épreuve extraits de la chambre. Ces tests permettront de suivre l'évolution de la résistance résiduelle des interfaces collées. Ainsi la géométrie des corps d'épreuves a été voulue compatible avec le dispositif d'essai de cisaillement à simple recouvrement du Département Laboratoire d'Autun (DLA), permettant d'évaluer la capacité en cisaillement d'un assemblage collé et dont le principe est décrit dans [AFG 11], [BEN 11], [CHA 11] et [CHA 09].

Ainsi afin de valider la possibilité de construire des corps d'épreuve à simple recouvrement à partir du dispositif à double cisaillement, un des dispositifs du prototype a été démonté suivant le principe schématisé sur la Figure III-4. Ce démontage implique notamment de découper le composite dans la zone centrale et de dévisser des boulons d'ancrage métalliques. Trois corps d'épreuves à simple recouvrement ont ensuite subi des essais de cisaillement à simple recouvrement et un corps d'épreuve a été utilisé pour les essais de pastillage.

Il est important de signaler ici que les résistances résiduelles et les essais de pastillage ont été principalement réalisés pour en tester la faisabilité. Les valeurs obtenues à partir de ces essais destructifs ne sont cependant pas directement interprétables, car à la fin de l'essai de fluage (réalisé à 25°C) différents tests de remise en charge et déchargement ont été effectués sur le prototype, notamment à 36 °C. Ces essais, non décrits dans ce document, ont soumis le joint à un historique de chargement (mécanique et thermique) complexe, qui en a très certainement modifié les performances. Cet historique ne doit cependant pas perturber la faisabilité de cet essai ni sa répétitivité (tous les joints ayant subi le même historique).

La Figure III-31 illustre l'un des essais réalisé sur un joint à simple recouvrement issu du corps d'épreuve à double recouvrement.

(a)



(b)

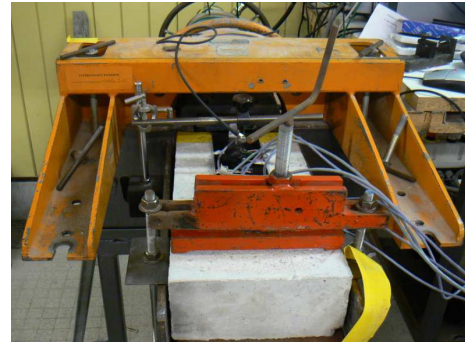


Figure III-31 Photo du dispositif d'essai à simple recouvrement (a) et illustration d'un essai de cisaillement réalisé sur un des joints collés à simple recouvrement (b).

Les modes de rupture observés pour ces trois essais ont été tous similaires : cohésifs dans le béton à une profondeur de quelques millimètres. La Figure III-32 présente une photo d'un échantillon après rupture. A partir de cette photo on peut remarquer clairement qu'une couche de béton est restée solidaire du renfort composite lors du délaminage. La figure permet aussi de constater que le retrait de collage de 50 mm (distance du bord de collage au bord du bloc) a permis d'éviter la rupture en mode I du joint (détachement du coin de béton près du bord – Voir paragraphe III.1.4).



Figure III-32 Photo d'un échantillon après rupture.

Les charges de rupture obtenues lors des trois essais de cisaillement sur joint à simple recouvrement sont répertoriées dans le Tableau III.3. Les valeurs très proches obtenues ($43,6 \pm$

0,9 kN) valident la qualité de l'essai de cisaillement et démontrent l'adaptabilité du dispositif de fluage à quatre demi-blocs. Cette constatation oriente donc notre choix, pour le futur banc de fluage, vers ce type de dispositif au détriment d'un dispositif à deux demi-blocs.

Tableau III.3 : Résultats des essais de cisaillement à simple recouvrement réalisés sur les échantillons à simple recouvrement.

<i>Echantillons</i>	<i>Charge à rupture (kN)</i>
1	44,55
2	43,21
3	43,02

III.3.3 Modélisation analytique et numérique du comportement élastique linéaire des essais à double recouvrement : étude de la répartition de la contrainte de cisaillement le long de l'interface collée.

Dans cette partie, seul le comportement élastique instantané relatif à la mise en charge est considéré. Aucun mécanisme non linéaire, type endommagement ou plasticité n'est pris en compte dans la modélisation, du fait de la faible intensité de la sollicitation mécanique appliquée sur le joint collé (approximativement 30 % de la capacité ultime en cisaillement du joint). Les effets et la modélisation du fluage seront traités dans la section suivante.

Les modélisations effectuées correspondent tout d'abord à une approche analytique basée sur le modèle de Völkersen [VOL 38] puis à un modèle numérique 2D réalisé à l'aide du logiciel aux éléments finis CESAR-LCPC.

Comme expliqué précédemment, ces premiers travaux de modélisation visent une validation croisée de certaines de nos actions de recherche, c'est à dire :

- **la vérification de la conformité du comportement du joint collé vis-à-vis de la sollicitation exercée, confirmant ainsi la pertinence du système expérimental,**
- **la validation des modélisations effectuées.**

En effet, l'obtention d'une adéquation acceptable entre la mesure et la prévision du calcul permet de valider le dispositif de mise en charge car elle vérifie qu'aucun artéfact expérimental ne modifie le principe d'essai de manière sensible (par exemple pas de défaut d'alignement trop important créant une flexion parasite).

Ensuite, la confrontation des calculs entre eux et vis-à-vis d'un essai dont la réalisation a été voulue soignée, permet, si elle confirme la similarité des résultats, de valider les différentes hypothèses de modélisation (géométrie, conditions aux limites, ...). Dans la suite de cette étude, un outil numérique pertinent sera utile pour interpréter les résultats expérimentaux obtenus.

Pour réaliser les diverses confrontations envisagées, nous comparerons dans les sections suivantes le profil de contrainte de cisaillement le long de l'interface collée déduit des enregistrements des jauges de déformations avec les profils issus des modélisations.

i) Répartition de la contrainte de cisaillement le long du joint collée issue à partir des résultats expérimentaux

Des mesures de déformations longitudinales ont été enregistrées par les jauges collées le long des plats en PRF, au droit du plan de collage. A partir de ces mesures, il est possible de déduire le profil de contrainte de cisaillement du joint collé. Nous en rappelons ici la méthode (voir aussi [XIA 04]) :

Considérons un tronçon de PRF collé sur une face, débutant à l'abscisse x_i et se terminant à l'abscisse x_{i+1} (voir Figure III-33). Si nous admettons l'hypothèse d'une contrainte de traction agissant en x_i plus importante que la contrainte de traction agissant en x_{i+1} , alors l'équilibre du tronçon de PRF impose que la différence de contrainte de traction doit être équilibrée par la contrainte de cisaillement agissante sur la face du tronçon en contact avec la couche adhésive. On suppose ici que la distance entre les deux extrémités du tronçon de PRF est suffisamment faible pour que la contrainte de cisaillement $\tau_{a(i,i+1)}$ puisse être considérée comme constante entre ces deux points.

L'équilibre des efforts extérieurs sur le tronçon peut s'écrire :

$$\tau_{a(i,i+1)} \cdot (x_{i+1} - x_i) = (\sigma_i - \sigma_{i+1}) \cdot e_{PRF} \quad (III.4)$$

Avec :

x_i et x_{i+1} les distances respectives des extrémités du tronçon au bord chargé du joint,
 σ_i et σ_{i+1} les contraintes de tractions agissant respectivement sur la plaque PRF à x_i et x_{i+1} . et e_{PRF} l'épaisseur du plat en PRF.

Prenons comme hypothèse supplémentaire que les extrémités du tronçon considéré coïncident avec les positions de deux jauges successives (J_i et J_{i+1}) situés respectivement à une distance x_i et x_{i+1} du bord chargé du joint. Les contraintes σ_i et σ_{i+1} peuvent alors être exprimées en fonction des déformations longitudinales mesurées par les jauges :

$$\sigma_i = E_{PRF} \cdot \epsilon_i \quad (III.5)$$

$$\sigma_{i+1} = E_{PRF} \cdot \epsilon_{i+1} \quad (III.6)$$

Avec :

E_{PRF} le module d'Young dans le sens des fibres du plat en PRF

ϵ_i et ϵ_{i+1} les déformations de traction mesurées respectivement par les jauges J_i et J_{i+1} .

Ainsi la contrainte de cisaillement moyenne dans la zone située entre les deux jauges J_i et J_{i+1} de l'interface collée peut être calculée à partir des mesures des déformations effectués sur la facette supérieure de la plaque PRF, suivant la formule :

$$\tau_{a(i,i+1)} = E_{PRF} \cdot e_{PRF} \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_{i+1}}{x_{i+1} - x_i} \quad (i = 1 - 4) \quad (III.7)$$

En appliquant cette méthode aux profils des déformations longitudinales enregistrés après la mise en charge (Figure III-28), il est possible de calculer le profil de contrainte de cisaillement. Les résultats d'un tel calcul sont présentés sur la Figure III-34.

La couche d'adhésif est supposée extrêmement fine, de telle manière que la contrainte de cisaillement y est considérée constante dans l'épaisseur.

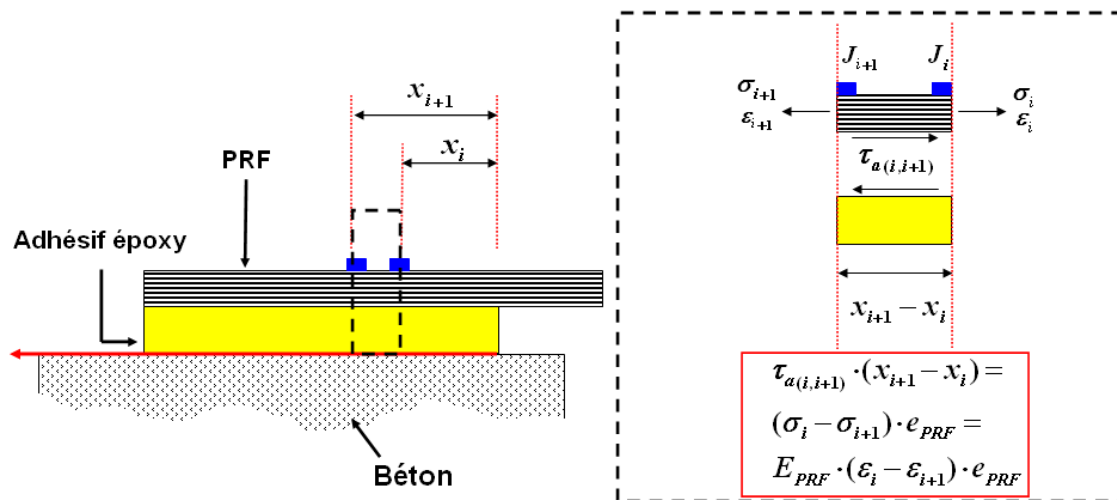


Figure III-33 Méthode de détermination expérimentale du profil de répartition de la contrainte de cisaillement le long du joint de colle à partir des mesures des jauges de déformation.

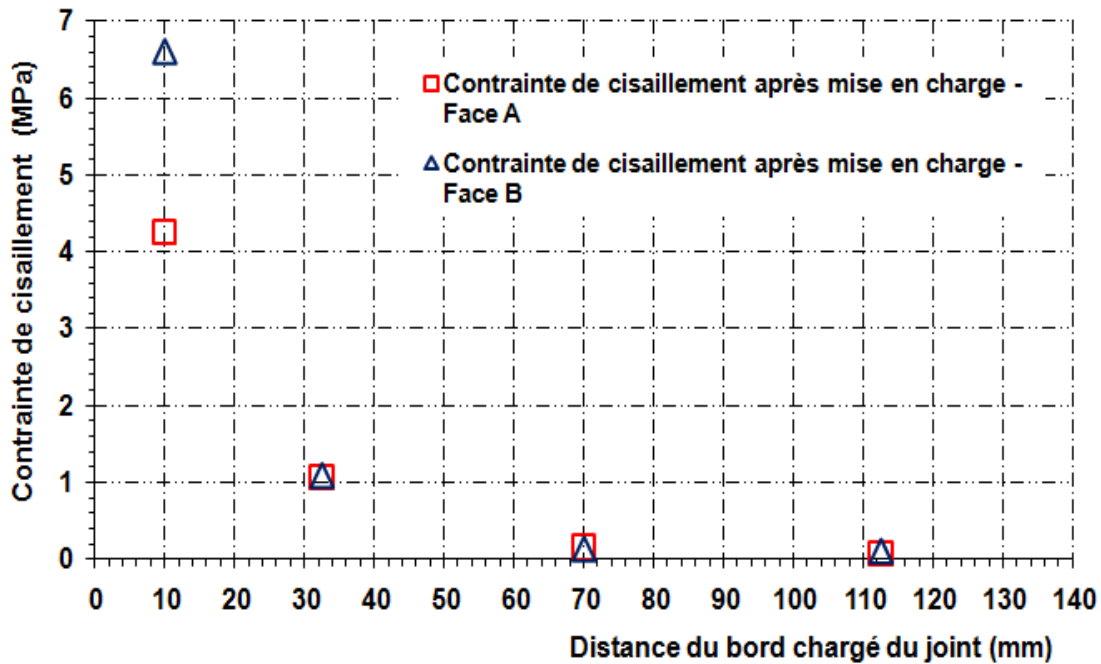


Figure III-34 Evolution de la contrainte de cisaillement le long du joint collé (valeurs déduites des mesures expérimentales).

ii) Calcul du profil de cisaillement avec le modèle de Völkersen

Dans cette section, nous cherchons à vérifier que le comportement mesuré du joint est conforme à la prédiction d'un modèle déjà validé dans de nombreuses études similaires à la notre. Le raisonnement étant qu'une confrontation satisfaisante de la mesure à la théorie valide les hypothèses du calcul, et notamment celles concernant le chargement réellement appliqué.

Le modèle analytique que nous utilisons pour prédire et modéliser la répartition des contraintes de cisaillement le long de l'interface collée béton/composite est le modèle théorique de Völkersen (décrit dans le paragraphe I.3.3). Pour rappel, ce modèle est basé sur les principales hypothèses suivantes :

- Les matériaux utilisés présentent un comportement élastique linéaire isotrope.
- Les contraintes de traction sont constantes dans les épaisseurs des adhérents.
- La couche colle est sollicitée uniquement en cisaillement.
- Les moments de flexion due aux sollicitations dans le joint collé sont négligés.

Ces hypothèses semblent particulièrement cohérentes avec notre étude expérimentale. En effet, la faible épaisseur de colle laisse présager d'une faible variation de la contrainte de

cisaillement dans l'épaisseur, les mesures des jauges en partie non collée ont montré que la flexion est négligeable et le niveau d'effort appliqué lors de la mise en charge a été calculé pour solliciter le joint dans son domaine élastique. L'hypothèse d'un comportement isotrope du PRF reste acceptable dans notre étude car nous intéressons au comportement mécanique dans la direction des fibres et nous considérons les caractéristiques mécaniques du PRF associées à cette direction lors des calculs utilisant la théorie de Völkersen.

Lors du calcul, nous avons considéré qu'une contrainte de traction uniforme de 120 MPa est appliquée à la section d'extrémité de la lamelle composite. Ensuite le profil de la répartition de la contrainte de cisaillement le long du joint collé a été entièrement établi à partir de l'équation (I.34). Le profil de cisaillement calculé est présenté sur la Figure III-35 et y est confronté aux profils déduits des mesures de jauges collés sur chacune des deux faces A et B du corps d'épreuve ainsi qu'à leur moyenne.

Il convient de noter que chaque valeur de contrainte de cisaillement calculée à partir des données expérimentales est une valeur moyennée sur la distance entre les deux jauges successives correspondantes (voir Eq. III.7). Or, la contrainte de cisaillement n'est pas constante entre deux jauges successives et le gradient de contrainte n'est pas linéaire. Il n'est donc pas complètement pertinent de comparer la valeur déduite de la mesure (et qui est moyennée sur la distance entre les jauges successives) avec le résultat issu du modèle théorique de Völkersen calculé à mi distance entre les jauges. Ainsi afin de faciliter la comparaison entre l'expérimentation et le calcul, les valeurs des contraintes de cisaillement obtenues à partir de modèle théorique de Völkersen et moyennées sur les distances entre les jauges sont ajoutées à la Figure III-35. Ces valeurs moyennées sont notées «Völkersen - Valeurs moyennes de la contrainte de cisaillement ».

Sur la Figure III-35, il est possible de constater une corrélation jugée satisfaisante entre les valeurs expérimentales et celles issues du calcul. Cette constatation constitue un élément de validation du système expérimental.

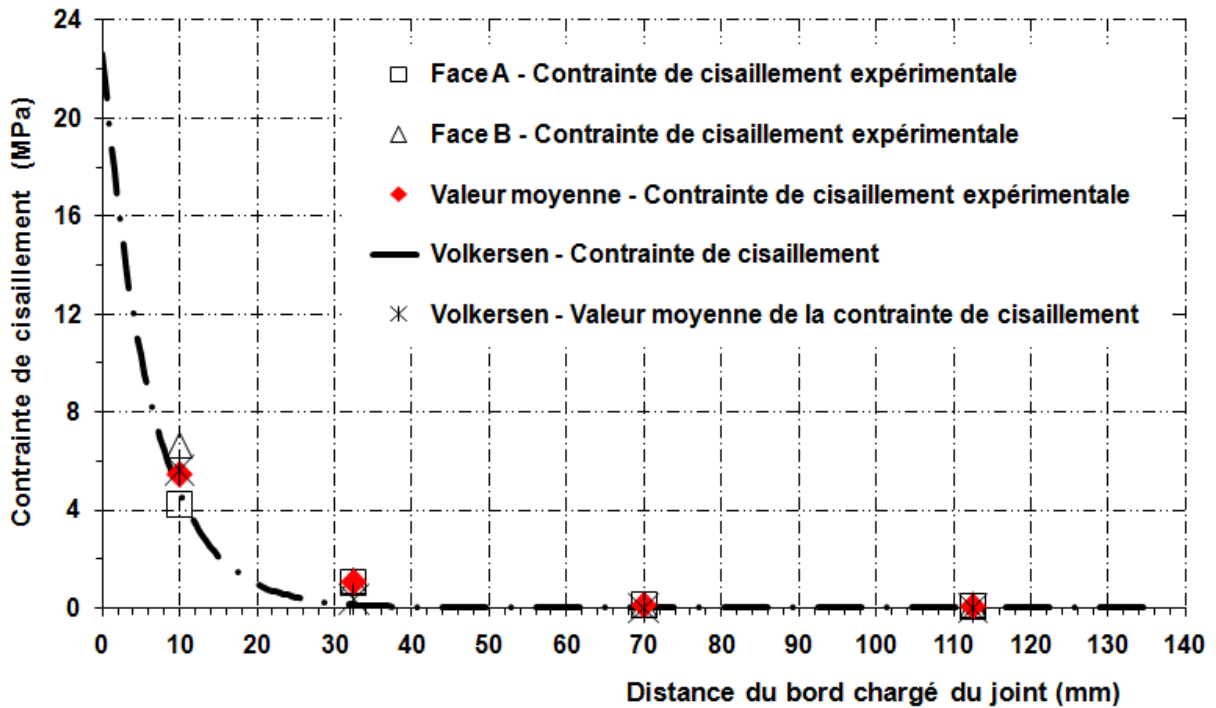


Figure III-35 Confrontation du profil de cisaillement calculé à l'aide du modèle de Völkersen avec les profils déduits des mesures expérimentales.

iii) Modélisation numérique sous CESAR-LCPC

Cette section a pour but de présenter le modèle numérique aux éléments finis utilisé pour déterminer la répartition de la contrainte de cisaillement le long du joint collé à la fin de l'étape de chargement. Cette modélisation numérique, une fois validée, sera utilisée par la suite, notamment dans le chapitre suivant, pour tenir compte de comportements rhéologiques non linéaires.

Calcul 2D :

Un modèle numérique 2D du joint collé a tout d'abord été réalisé à l'aide du logiciel CESAR-LCPC. Dans ce modèle tous les matériaux utilisés (béton, adhésif, PRF) présentent un comportement élastique linéaire isotrope. L'hypothèse du comportement élastique a été adoptée du fait du faible chargement imposé. De plus, une étude précédente ([ARR 09]) a montré que le caractère orthotrope du PRF n'a pas d'effet sensible sur les principaux résultats du calcul. Ainsi l'hypothèse d'un comportement isotrope du PRF reste acceptable dans notre étude, d'autant plus que nous nous intéressons au comportement mécanique dans la direction des fibres. Nous considérons alors pour le PRF les caractéristiques mécaniques associées à cette direction. Les valeurs des propriétés des matériaux utilisés dans les calculs sont issues des fiches techniques des produits ([Sika®Carbodur® S], [SIK-30] et [CST 11-b]). Elles sont résumées dans le Tableau (III.4).

Tableau III.4: Propriétés mécaniques des matériaux utilisés dans le modèle EF.

<i>Matériaux</i>	<i>Module d'Young (GPa)</i>	<i>Coefficient de Poisson</i>	<i>Epaisseur (mm)</i>
Adhésif	12,7	0,3	1
Béton	35	0,3	102,5
Plat PRF	165	0,3	1,2

Les corps d'épreuves respectent deux symétries d'axes (OX) et (OY). Ces symétries permettent donc de simplifier le domaine d'étude en un quart de corps d'épreuve (voir Figure III-36). Pour ce modèle 2D, nous avons admis l'hypothèse des déformations planes.

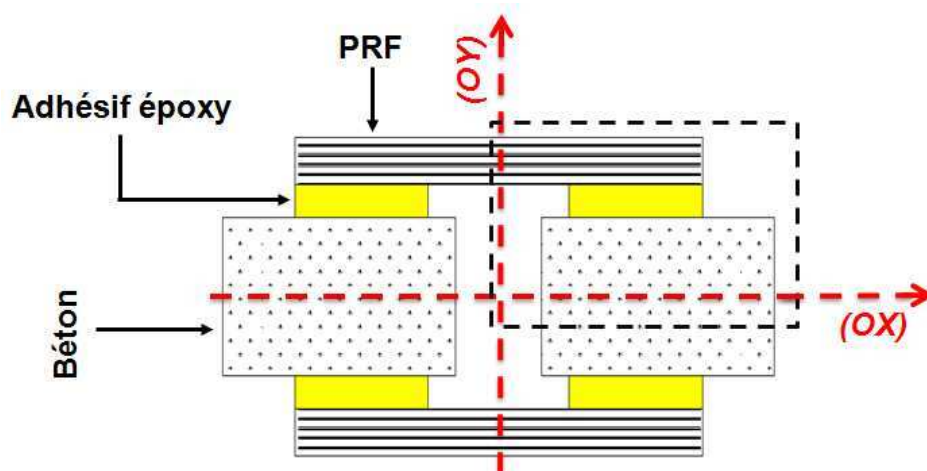


Figure III-36 Conditions de symétrie du corps d'épreuve étudié.

Le système étudié est donc formé de deux adhérents collés entre eux par un adhésif. L'adhérent du dessus (PRF), l'adhérent de dessous (béton) et la couche d'adhésif époxy présentent des épaisseurs respectives de 1,2 mm, 102,5 mm et 1 mm. La géométrie ainsi que les conditions aux limites (effort et déplacement) imposés sont présentés sur la Figure III-37.

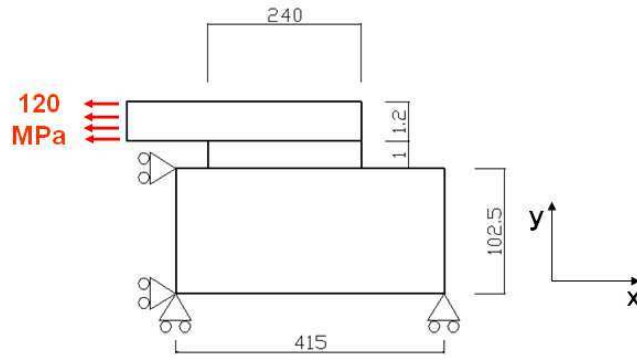


Figure III-37 Conditions aux limites et géométrie du modèle EF (dimensions en mm).

En toute rigueur, le vérin applique un effort sur le béton, et les conditions de symétrie font que le déplacement du PRF est bloqué à son extrémité (si on considère le quart de système). Or, ces conditions (effort appliqué à la surface du béton et déplacement du PRF bloqué à son extrémité) rendent le système numérique peu stable. C'est pourquoi nous avons choisi des conditions aux limites différentes (effort appliqué à l'extrémité du PRF et surface du béton bloqué), les deux systèmes mécaniques étant équivalents.

La Figure III-38 présente le maillage du modèle EF. Pour cette étude le maillage utilise des éléments quadratiques (8 nœuds) et triangulaires (6 nœuds). Ce maillage a été particulièrement raffiné autour des deux extrémités de la zone collée. Pour le problème étudié, le maillage dans la zone du front de colle, du côté du bord chargé, a été resserré pour rendre compte avec précision de l'important gradient de contrainte attendu dans cette zone. Dans le domaine occupé par le bloc support en béton, la densité des éléments suivant l'axe (OX) s'accroît graduellement avec la proximité du bord bloqué.

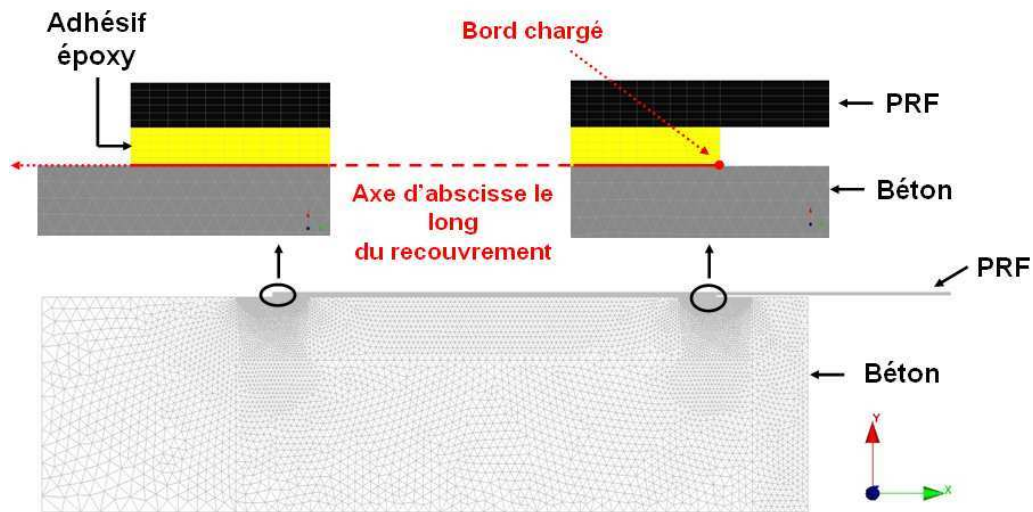


Figure III-38 Maillage du modèle EF 2D.

Un calcul a été effectué en reproduisant le chargement expérimental initial. Pour cela, une contrainte de traction de 120 MPa est imposée sur la face suite à l'extrémité du composite, coté non collé (Figure III-37). Le profil de contrainte de cisaillement obtenu sur la facette supérieure de la couche colle (à l'interface colle/PRF) est présenté sur Figure III-39. Sur la figure, ce profil est comparé à celui fourni par le modèle de Völkersen. La similarité des deux profils valide la modélisation.

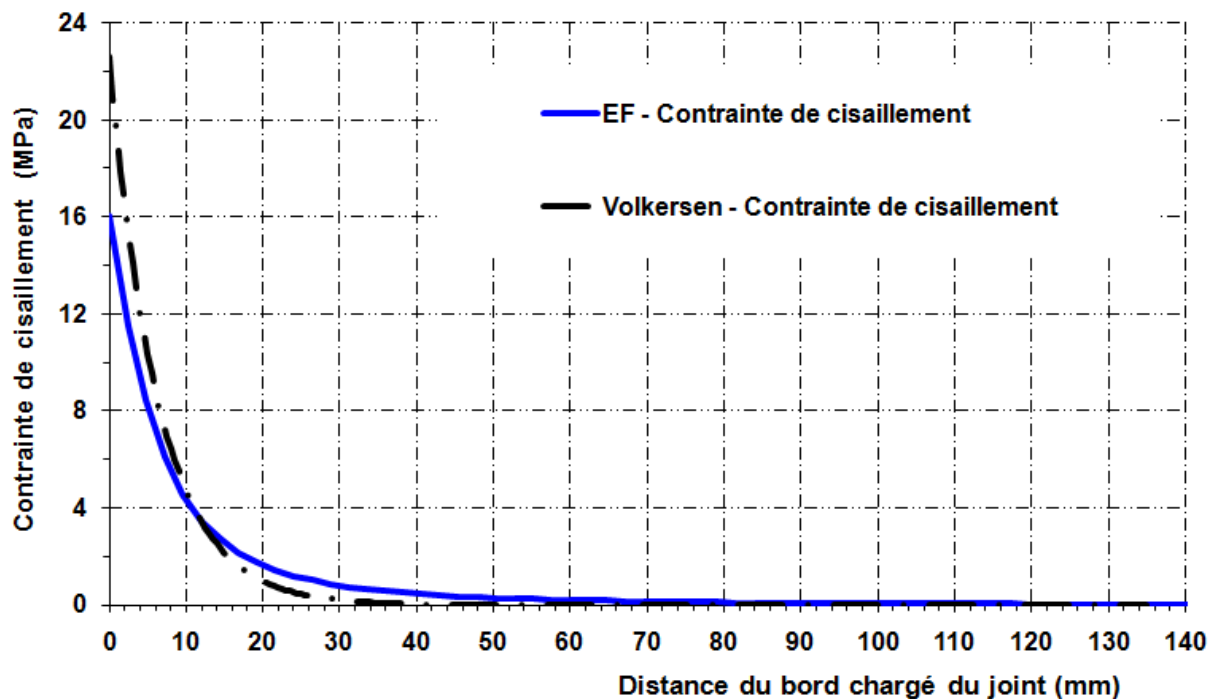


Figure III-39 Profils de contrainte de cisaillement obtenus par la modélisation EF et le modèle de Völkersen.

Calcul 3D :

La modélisation 2D se présente comme une simplification du problème réel impliquant des hypothèses ne correspondant pas strictement à la réalité expérimentale. Par exemple, elle ne permet pas de rendre compte de la différence de largeur entre le bloc béton et le plat PRF. Pour vérifier que le calcul 2D reste néanmoins pertinent, nous proposons dans cette section une modélisation 3D dont les résultats seront comparés à ceux de la modélisation 2D. Nous pourrions ainsi juger de la pertinence de cette dernière qui offre notamment l'avantage d'un coût numérique acceptable. Pour cela un modèle numérique 3D du joint collé a été réalisé à l'aide du logiciel CESAR-LCPC. Comme dans le modèle 2D, tous les matériaux utilisés présentent un comportement élastique linéaire isotrope. Les propriétés des matériaux utilisés lors de cette étude sont identiques à ceux introduits dans le modèle 2D (Tableau III.4).

Les corps d'épreuves respectent trois symétries de plans (XY), (XZ) et (YZ). Ces symétries permettent donc de simplifier le domaine d'étude en un quart de corps d'épreuve limitant ainsi le nombre d'éléments à traiter lors du calcul (voir Figure III-40).

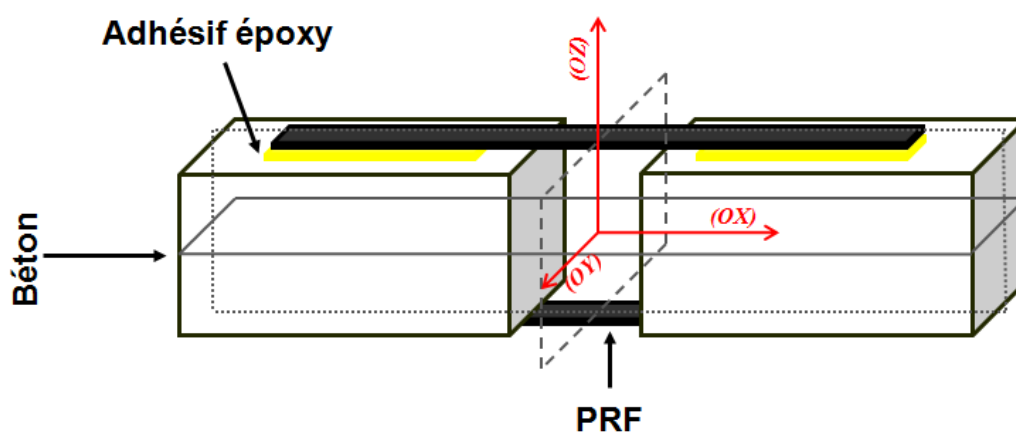


Figure III-40 Conditions de symétrie du corps d'épreuve étudié.

La Figure III-41 présente les conditions aux limites (effort et déplacement) du modèle 3D étudié.

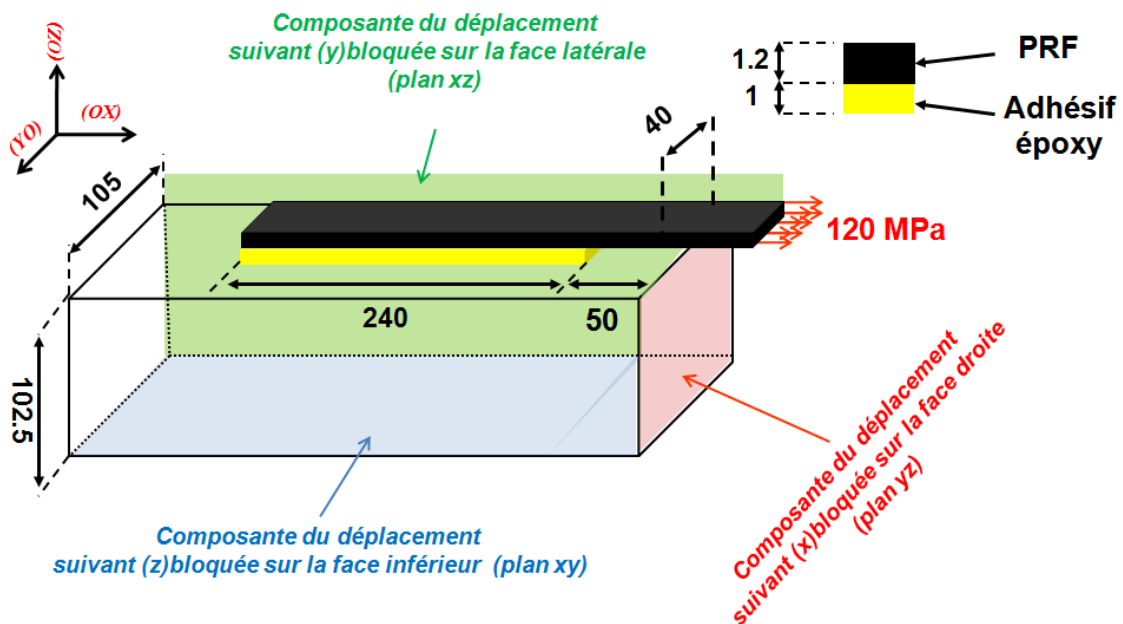


Figure III-41 Conditions aux limites et géométrie du modèle EF (dimensions en mm).

Comme pour le modèle 2D, les conditions expérimentales (i.e. le vérin applique un effort sur le béton, et les conditions de symétrie font que le déplacement du PRF est bloqué à son extrémité) ne sont pas reproduites dans le modèle 3D, car ces conditions rendent le système numérique peu stable. C'est donc sur un ensemble de conditions aux limites équivalentes (effort appliqué à l'extrémité du PRF et surface du béton bloqué) que se fonde le calcul. Ceci conduit à appliquer une contrainte de traction de 120 MPa sur la section située à l'extrémité libre du plat PRF.

Pour ce modèle 3D, le maillage utilise des éléments quadratiques et a été raffiné dans les zones de concentration de contraintes et plus particulièrement à proximité du front de colle, du côté du bord chargé, ceci afin d'être en mesure de rendre compte avec précision de l'important gradient de contrainte attendu dans cette zone (Figure III-42).

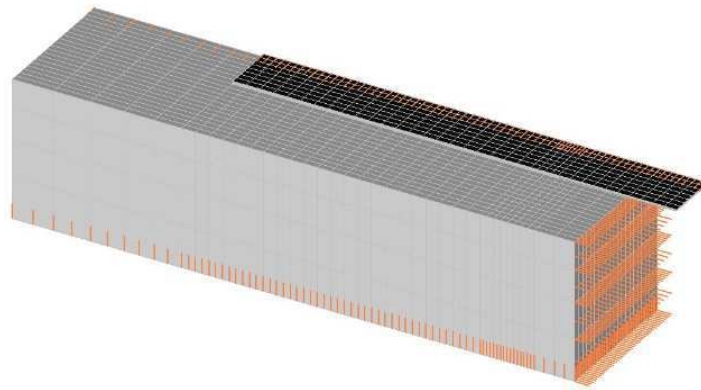


Figure III-42 Maillage 3D du modèle EF – Les traits orange correspondent aux directions de déplacement bloqués.

Le profil de contrainte de cisaillement obtenu par ce modèle 3D, suivant l'axe positionné à mi-largeur de la couche de colle est présenté sur la Figure III-43. Sur cette même figure, ce profil est comparé à celui fourni par le modèle 2D. Du fait de la très proche similitude des deux profils, il a été décidé de conserver le modèle 2D, moins coûteux numériquement, pour la suite des travaux de modélisation de cette thèse.

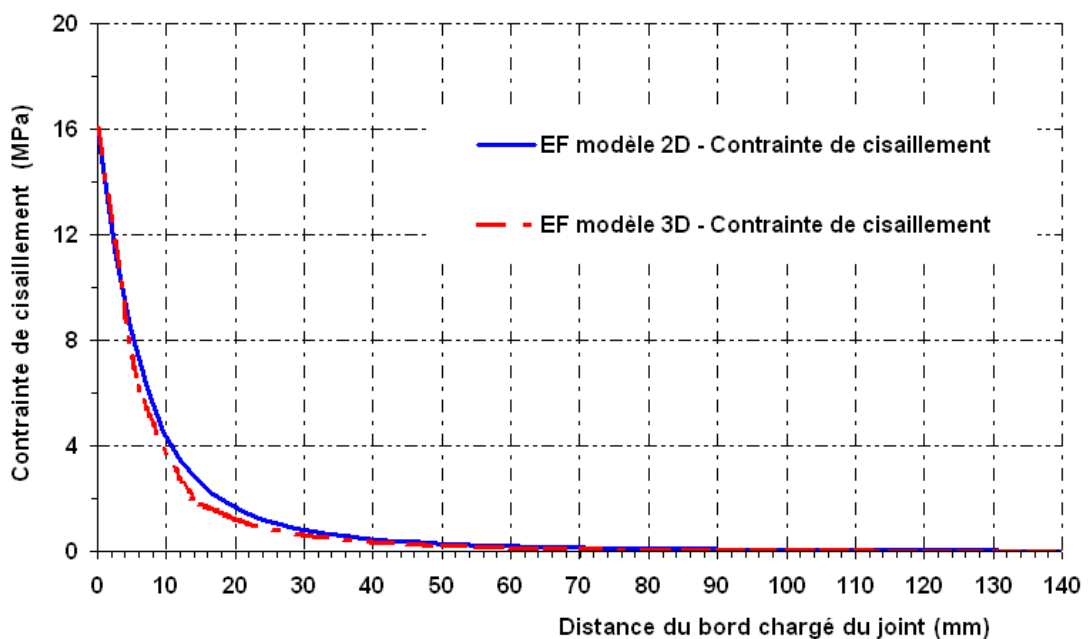


Figure III-43 Comparaison des profils de contrainte de cisaillement le long du joint collé obtenus par la modélisation aux EF en 2D et 3D.

iv) Comparaison entre les résultats expérimentaux, la modélisation aux EF 2D et le modèle de Völkersen – Conclusions

Les modèles numériques EF (CESAR-LCPC) et analytique (Völkersen) ont été réalisés pour valider le dispositif d'essai et disposer de moyens de calcul qui nous permettront, par la suite et pour des cas de sollicitation complexes, de prédire et d'analyser le comportement du joint collé. Les résultats des différents calculs, présentés dans les sections précédentes sont rappelés sur la Figure III-44.

Il en ressort que :

- le comportement du joint est conforme à la prédiction du calcul, validant ainsi le système expérimental, au moins pour cette étape de chargement
- la modélisation aux éléments finis 2D est apte à rendre compte du profil des contraintes de cisaillement dans le joint collé, confirmant ainsi la pertinence du modèle qui pourra donc être exploité en envisageant des lois de comportement non-linéaires du joint collé.

On notera que le modèle de Völkersen reproduit de manière satisfaisante le profil de cisaillement tout en surestimant la contrainte de cisaillement à proximité du bord chargé. Il est utile de rappeler ici que ce modèle analytique se base sur des hypothèses simplificatrices. Il ne prend pas en compte le cisaillement des adhérents et suppose une contrainte de traction uniforme dans l'épaisseur des adhérents ce qui ne correspond pas à la réalité expérimentale. Bien que le modèle de Völkersen puisse être un outil d'étude pertinent, nous avons préféré poursuivre nos travaux de modélisation en nous appuyant sur le modèle aux EF, celui-ci offrant des possibilités simples de prise en compte du modèle de fluage. Ces travaux sont présentés dans la section suivante.

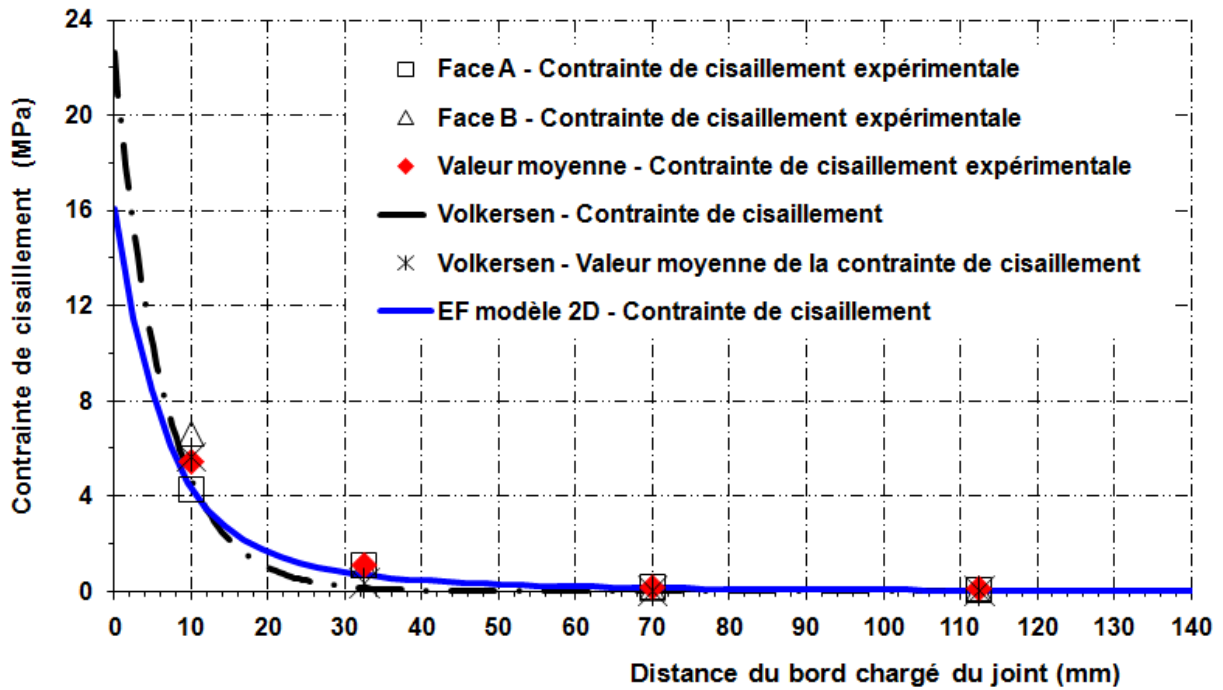


Figure III-44 Comparaison des profils de cisaillement issus du modèle numérique, du modèle analytique de Völkersen et des résultats expérimentaux.

III.4. Comportement en fluage des joints collés béton/composite

Dans cette section, nous allons tout d'abord présenter le profil de déformations mesuré sur le prototype à l'issue de la période de fluage et le comparer au profil instantané. Nous proposerons ensuite une modélisation aux EF du comportement en fluage des assemblages collés béton/PRF. Cette modélisation prend en compte le comportement viscoélastique non-linéaire de la couche colle en se basant sur les résultats des essais de fluage en traction réalisés sur les éprouvettes de colle et présentés dans le chapitre précédent.

III.4.1 Mesure de l'évolution des profils de déformation au cours du temps

Les valeurs de déformations longitudinales mesurées par les jauges collées sur la facette supérieure des plats PRF sont représentées sur la Figure III-45 pour laquelle l'origine de l'axe des abscisses correspond au bord de collage du côté du chargement. Cette figure présente les résultats expérimentaux enregistrés à la suite du chargement ainsi que les mesures obtenues après un mois de fluage. Chaque point correspond à une valeur moyenne calculée à partir des

deux mesures fournies par les jauges de déformations situées symétriquement sur les deux côtés opposés du corps d'épreuve (Voir Figure III-23).

Les profils avant et après fluage présentés sur la Figure III-45 indiquent une augmentation des déformations longitudinales sur les plats composites le long du recouvrement après un mois de fluage. Ce résultat attendu est en accord avec ceux décrits par d'autres auteurs (par exemple [MAZ 11]). Ces évolutions des déformations après un mois de mise en charge mettent en évidence le mécanisme de redistribution des contraintes entre les adhérents consécutif au phénomène de fluage de l'interface adhésive. Ainsi plus la colle subit une déformation de fluage importante, moins elle transmet localement d'effort et plus la longueur nécessaire à ce transfère est importante. Ce qui explique la légère augmentation de la longueur d'ancrage observée sur les Figure III-45. Le fluage de l'interface tend donc à réduire la concentration des contraintes de cisaillement à proximité du bord chargé du joint et, pour continuer à maintenir l'équilibre, à augmenter les contraintes de cisaillement pour les parties collées éloignées du bord. A partir des valeurs présentées dans le Tableau III.5, il est possible de constater que les déformations mesurées à 15 mm du bord ont évolué de manière plus importante après fluage (76 et 73 μdef) que les déformations enregistrées par les jauges situées à 5 mm du bord (33 et 48 μdef), ce qui traduit bien une redistribution « vers l'intérieur » des efforts. En s'éloignant encore du bord, on constate que ce phénomène persiste, puisque les évolutions de déformation restent importantes (sup. à 30% pour les jauges à 135 mm et inf. à 10% pour les jauges à 5 mm).

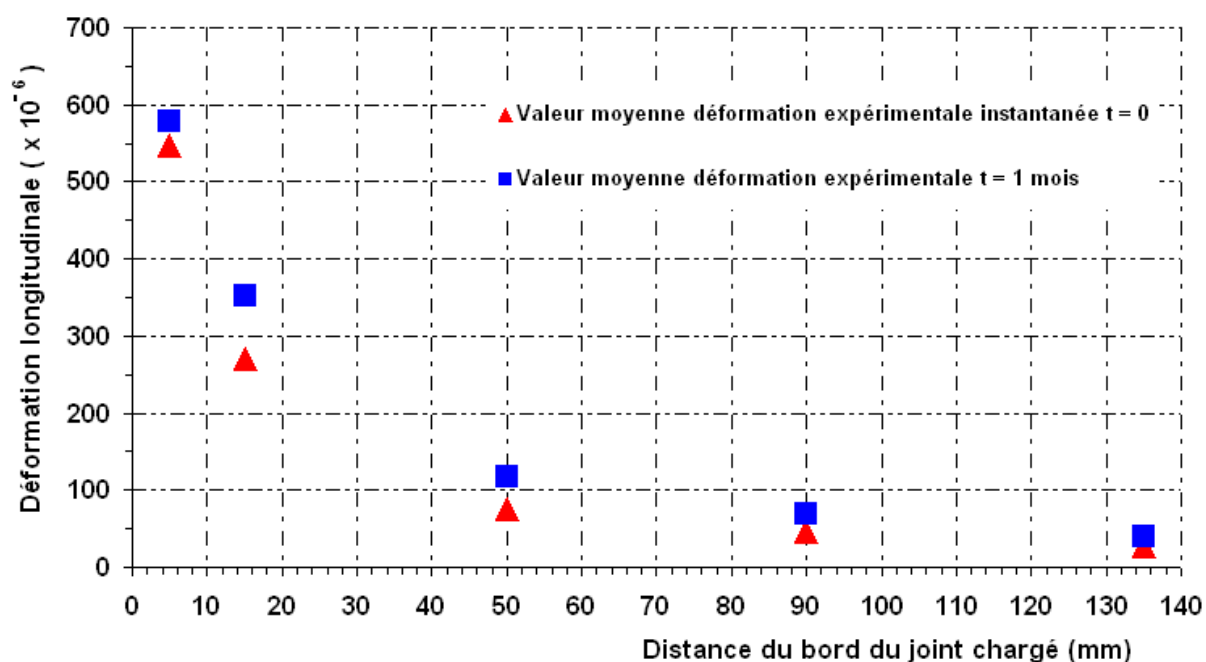


Figure III-45 Comparaison entre les profils de déformations longitudinales enregistrés sur le composite après le chargement et après un mois de fluage.

Tableau III.5 : Evolutions des déformations enregistrées par les jauges de déformations collées sur les deux facettes opposées (A et B).

<i>Distance au bord</i>	<i>5 mm</i>		<i>15 mm</i>		<i>50 mm</i>		<i>90 mm</i>		<i>135 mm</i>			
<i>N° Jauge</i>	<i>JC-a</i>	<i>JC-b</i>	<i>J1-a</i>	<i>J1-b</i>	<i>J2-a</i>	<i>J2-b</i>	<i>J3-a</i>	<i>J3-b</i>	<i>J4-a</i>	<i>J4-b</i>	<i>J5-a</i>	<i>J5-b</i>
Déformation instantanée (μdef)	742	754	485	606	270	272	81	79	49	53	31	30
Evolution de la déf. après fluage (μdef)	+ 11	+13	+33	+48	+ 76	+ 73	+ 34	+ 41	+ 21	+ 22	+ 10	+ 12
Evol. déf. après fluage / def. Instant. (%)	1,5	1,7	6,8	8,0	28,0	26,8	42,2	51,7	42,9	39,0	33,4	30,4

De plus, les jauges situées dans la partie centrale des plats composites (JC-a et JC-b, au droit du composite non collé) montrent des évolutions extrêmement faibles de la déformation (voir Tableau III.5) ce qui confirme que le fluage du composite reste un phénomène négligeable vis-à-vis du fluage de l'interface collée.

III.4.2 Modélisation aux EF du comportement en fluage des assemblages collés

Cette partie présente l'approche numérique déployée sur le logiciel aux EF CESAR – LCPC pour modéliser le comportement en fluage non linéaire des joints collés béton / PRF tel qu'observé expérimentalement. Ces travaux s'appuient sur le modèle rhéologique de Burgers identifié au Chapitre II.

i) Modélisation du comportement de fluage sous le module VISC et validation à partir des essais de fluage en traction de l'adhésif

Il existe plusieurs modèles rhéologiques pour décrire le fluage des matériaux. Ces modèles sont pour la plupart constitués d'un assemblage en parallèle ou en série de ressorts et d'amortisseurs. Le logiciel CESAR-LCPC intègre certains de ces modèles rassemblés au sein du module « VISC ». Celui-ci permet d'utiliser des modèles de type Kelvin-Voigt-Zener

(Figure III-46) qui combinent en série soit un ressort avec une cellule de type Kelvin-Voigt, soit un assemblage de plusieurs élément de type Kelvin-Voigt-Zener (20 maximum). Cependant le modèle de Kelvin-Voigt-Zener, ne prend pas en compte le fluage secondaire. Or, il nous sera utile de pouvoir rendre compte du fluage secondaire au vue de la durée prévue des futurs essais de fluage (pour rappel, un essai d'une durée d'au moins un an est programmé).

Pour constituer des éléments aptes à rendre compte du fluage secondaire, il est nécessaire d'ajouter un amortisseur en série au modèle Kelvin-Voigt-Zener, ce qui mène à des éléments de type Burgers. Ces derniers n'étant pas directement disponibles dans la bibliothèque du module VISC, il est tout de même possible de construire un équivalent à un modèle de Burgers en assemblant en série un ressort et deux cellules de type Kelvin-Voigt et en affectant à l'une des deux cellules un très faible module d'Young (Figure III-46). Dans la suite de ce document, nous ferons référence au *modèle équivalent de Burgers* pour désigner un tel modèle construit avec deux cellules de Kelvin-Voigt.

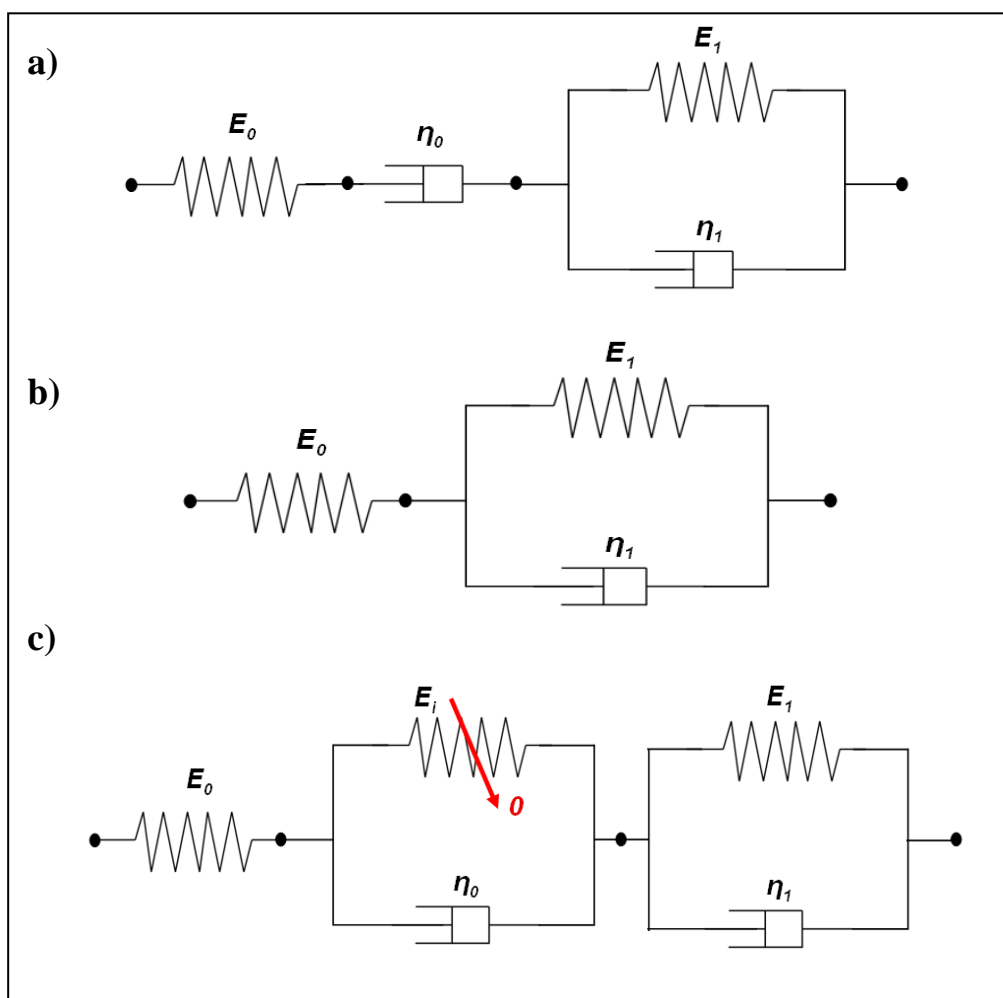


Figure III-46 Modèle de Burgers (a) ; Modèle de Kelvin-Voigt-Zener (b) et Modèle équivalent au modèle de Burgers et construit avec deux cellules de Kelvin-Voigt (c).

Avant de débiter de complexes travaux de simulation du comportement à long terme du joint collé, il nous a semblé nécessaire de vérifier le bon fonctionnement du module VISC et notamment sa capacité à traduire efficacement le fluage des adhésifs qui présentent un comportement conforme au modèle de Burgers.

Pour effectuer cette vérification, nous avons tout d'abord comparé les résultats des essais de fluage réalisés sur l'adhésif époxy Sikadur® 30 (présentés dans le Chapitre II) avec ceux obtenus par une modélisation aux EF utilisant le modèle équivalent de Burgers du module VISC, puis avec les solutions analytiques résultant du modèle de Burgers. Les paramètres du modèle (analytique et numérique) ont été identifiés pour chaque niveau de contrainte dans le Chapitre II. Sur la Figure III-47, il est possible d'observer que les courbes de fluage obtenues numériquement se confondent avec la solution analytique de Burgers, validant ainsi le modèle équivalent du module VISC. A l'instar de ce qui avait été présenté dans le Chapitre II, un accord très satisfaisant a été obtenu entre la modélisation et les résultats expérimentaux.

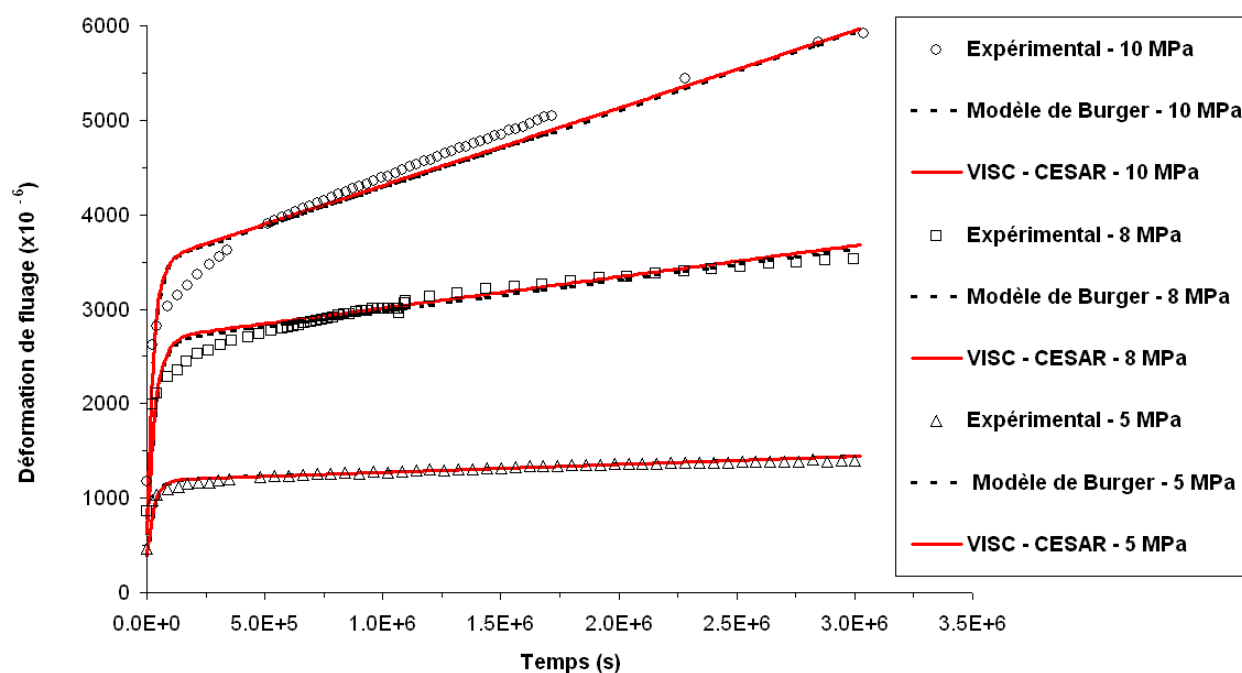


Figure III-47 Evolution dans le temps de la déformation longitudinale de la colle Sikadur® 30 sollicitée à différents niveaux de contraintes (résultats expérimentaux, modélisation aux EF et solutions analytique).

ii) Complément de validation du modèle équivalent de Burgers à partir d'essais de la bibliographie

Afin de vérifier la capacité du module VISC à reproduire efficacement le comportement de fluage d'un assemblage collé de type joint à double recouvrement, nous avons modélisé les essais décrits par Choi sur ce type de joint [CHO 07] en nous appuyant notamment sur le modèle équivalent de Burgers dont les paramètres ont été identifiés sur ces mêmes essais.

L'expérience réalisée par Choi consiste en un essai à double recouvrement classique dans son principe mais dont la géométrie est plus modeste que celle habituellement utilisée pour ce type d'essai (Figure III-48). Cette expérience de fluage présente cependant de nombreuses similitudes avec l'essai mené sur notre prototype.

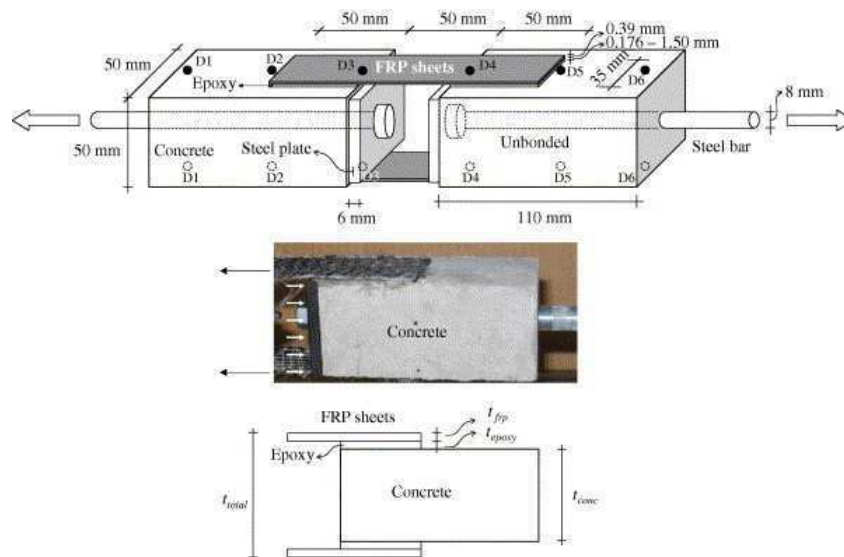


Figure III-48 Dimensions et principe du montage utilisé par Choi [CHO 07].

Le bloc de béton mesure $55 \times 55 \times 110 \text{ mm}^3$. Le plat composite long de 150 mm présente une largeur de 35 mm et épaisseur de 0,39 mm. Il est collé sur 50 mm à partir du bord du bloc support en béton. L'épaisseur de la couche de colle est de 1,5 mm.

On notera que :

- le dispositif présentant des dimensions assez petites, l'adhésif y est collé sur une longueur plus courte que la longueur d'ancrage du composite,
- le composite est collé dès le début du bloc de béton, sans retrait, ce qui produit donc des effets de bords importants dans le béton, comme cela a été discuté en début de chapitre.

Afin de déterminer les propriétés visqueuses de l'adhésif, on suppose dans un premier temps que la contrainte de cisaillement τ est constante le long de l'adhésif. La modélisation démontre que cette hypothèse est acceptable, en première approche, dans ce cas spécial puisque :

- la longueur collée est très faible, et notamment plus petite que la longueur d'ancrage,
- l'adhésif étudié présente un faible module d'Young ainsi que de faibles caractéristiques visqueuses.

Sous l'hypothèse que seule l'adhésif flue, et que la couche adhésive n'est soumise qu'à une sollicitation de cisaillement, l'évolution dans le temps du déplacement du bloc de béton, provoquant l'éloignement des deux blocs l'un de l'autre, peut alors être directement attribuée au glissement de cisaillement de fluage de la couche adhésive (Figure III-49).

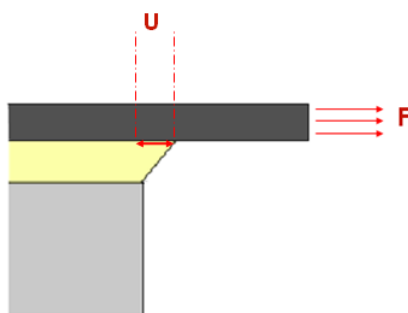


Figure III-49 Représentation schématisée du déplacement du bloc de béton consécutif au fluage de la couche adhésive.

Sous l'hypothèse d'une contrainte de cisaillement τ constante au sein de l'adhésif, on peut alors conclure que chaque point du joint de la colle se déplace d'une longueur u telle que :

$$\frac{u}{e} = \frac{\tau}{G} \quad (\text{III.8})$$

Soit encore :

$$u = \frac{e}{G} \cdot \tau \quad (\text{III.9})$$

Où e et G sont respectivement l'épaisseur et le module de cisaillement de l'adhésif.

Ainsi pour un fluage de type Burgers, on en déduit que le glissement u peut se calculer suivant :

$$u(t) = 2 \cdot (1 + \nu) \cdot e \cdot \tau \cdot \left[\frac{1}{E_0} + \frac{1}{E_1} \left(1 - e^{-\frac{E_1 t}{\eta_1}} \right) + \frac{t}{\eta_0} \right] \quad (\text{III.10})$$

Où :

- E_0 est le module instantané (module d'Young) de l'adhésif, ν est le coefficient de Poisson.
- η_0, E_1, η_1 sont les paramètres du modèle de Burgers.

Les paramètres du modèle de Burgers sont déterminés à partir de la courbe d'évolution de $u(t)$ [CHO 07] sous l'hypothèse d'une contrainte de cisaillement constante le long du joint. Sous cette hypothèse, la contrainte moyenne τ au sein de l'adhésif est de 0,17 MPa. Les paramètres du modèle de Burgers correspondant au comportement de l'adhésif ont été identifiés et leurs valeurs sont présentées sur le Tableau III.6.

Tableau III.6: Paramètres du modèle de Burgers identifiés à partir des essais de Choi.

E_0 (MPa)	η_0 (GPa.s)	E_1 (MPa)	η_1 (GPa.s)
6,63	132600	3,213	400

Le maillage tracé pour modéliser les essais de Choi est représenté sur la Figure III-50.

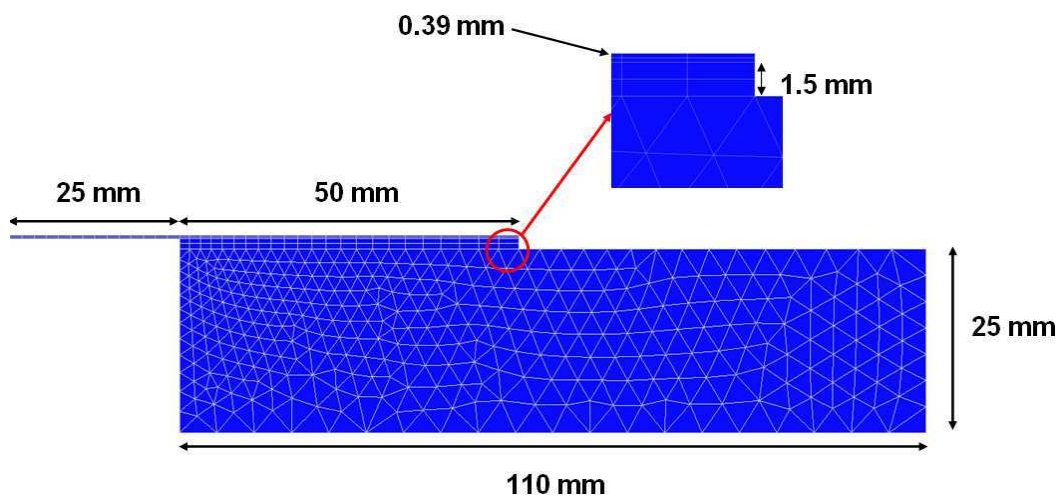


Figure III-50 Maillage 2D du problème étudié.

La confrontation jugée satisfaisante des mesures expérimentales du déplacement de fluage avec les résultats de la modélisation, présentés sur la Figure III-51, constitue une validation des principes de modélisation adoptés pour cette étude. Il convient par la suite de les mettre en œuvre sur la simulation du comportement de fluage du prototype qui constitue cependant une structure plus complexe (contrainte de cisaillement non homogène dans le joint, modèle de fluage non-linéaire).

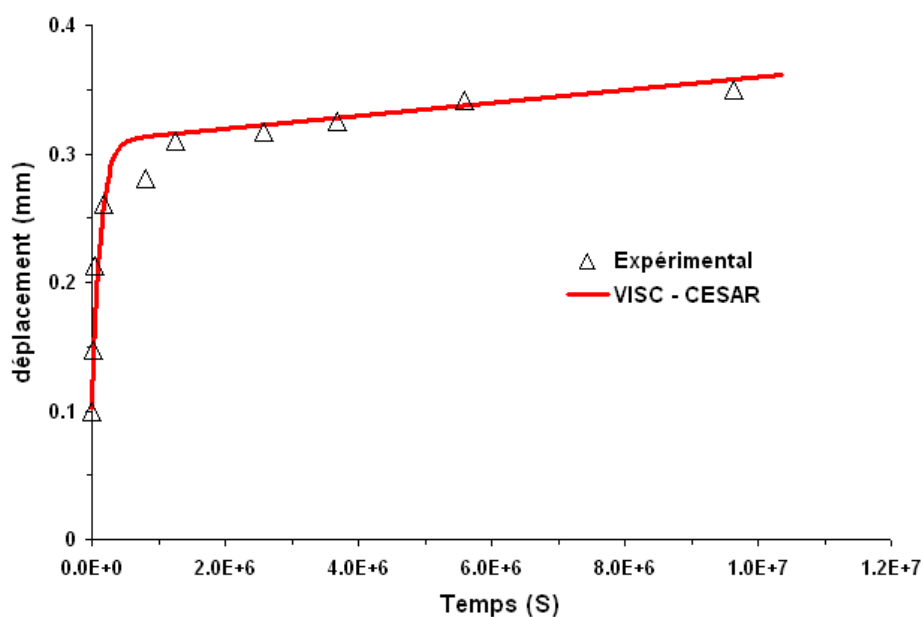


Figure III-51 Confrontation entre résultats expérimentaux et simulation VISC – CESAR.

III.4.3 Modélisation du fluage non-linéaire de l'assemblage collé étudié

Dans cette section, nous allons décrire nos travaux de modélisation du comportement de fluage du prototype. Ceux-ci se basent sur la description du système mécanique étudié (géométrie, conditions aux limites) présentés lors des calculs visant à reproduire le comportement instantané du joint collé du prototype (Figure III-37) ainsi que sur le modèle équivalent de Burgers dont la capacité à reproduire des résultats expérimentaux de fluage vient d'être validée dans la section précédente.

Comme il l'a été précisé dans le Chapitre II, l'adhésif utilisé pour le prototype présente un comportement de fluage non-linéaire. Or, le profil de contrainte mesuré sur le prototype (Figure III-35) est le lieu d'importantes variations de la sollicitation. Il en résulte donc des phénomènes complexes. Par exemple, la complaisance de fluage de la couche de colle à un instant donné dans la zone proche du bord chargé du joint est beaucoup plus importante que

celles pour des zones éloignées de ce bord chargé. Nous avons décrit dans la section précédente le moyen de rendre compte du comportement de fluage de l'adhésif Sikadur® 30 en utilisant un modèle équivalent de Burgers construit à partir de deux cellules de Kelvin-Voigt. Cependant, ce modèle du logiciel CESAR-LCPC (modulé VISC) est équivalent à un modèle de Burgers linéaire c'est-à-dire que les paramètres du modèle sont indépendants de la contrainte.

Pour rendre compte du caractère non-linéaire du modèle, sans procéder à un lourd travail d'intégration numérique dans le logiciel, nous avons donc eu recours à un artifice de modélisation consistant à diviser le domaine d'étude (i.e. la couche de colle) en plusieurs sous domaines que nous nommerons *zone* par la suite. Dans chaque zone, le modèle équivalent de Burgers linéaire est utilisé avec les paramètres identifiés pour la contrainte de cisaillement moyenne agissante dans chaque région. Pour calculer la contrainte moyenne, on se réfère au profil de contrainte de cisaillement calculé après la mise en charge (Figure III-39).

La couche de colle a ainsi été divisée en 6 zones dans lesquelles il a été possible de calculer une contrainte de cisaillement moyenne. La Figure III-52 illustre la décomposition de la couche de colle en 6 zones et indique la valeur de la contrainte de cisaillement moyenne dans chaque zone. On notera que parmi ces zones, 5 se trouvent dans les 12 premiers millimètres de la couche adhésive car ces zones sont celles soumises au plus fort gradient de contrainte. La localisation précise des zones, les valeurs moyennes des contraintes de cisaillements ainsi que les paramètres des modèles équivalents de Burgers sont indiqués dans le Tableau III.7. Les paramètres du modèle de Burgers ont donc été calculés en utilisant les équations établies dans le Chapitre II.

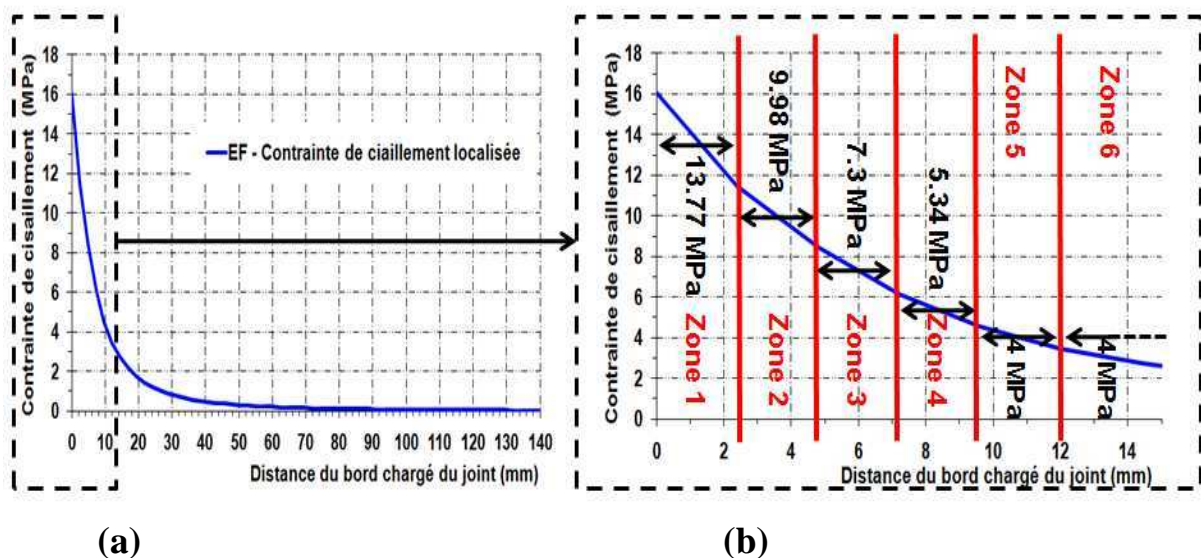


Figure III-52 Répartition de la contrainte de cisaillement le long de la couche adhésive (a), décomposition de la couche adhésive en différentes régions (b).

Tableau III.7: Caractéristiques des 6 zones définies dans la couche adhésive et paramètres du modèle de Burgers associés.

Zone	Distance au bord chargé (mm)	Contrainte de cisaillement moyenne dans la zone (MPa)	Paramètres du modèle de Burgers correspondant à chacune des zones de contrainte			
			E_1 (GPa)	η_1 (GPa.s)	E_2 (GPa)	η_2 (GPa.s)
1	0 – 2,4	13,77	12,7	$3,8 \times 10^6$	6,37	$6,73 \times 10^4$
2	2,4 – 4,8	9,98	12,7	$12,55 \times 10^6$	3,69	$10,62 \times 10^4$
3	4,8 – 7,2	7,3	12,7	$29,07 \times 10^6$	4,23	$14,60 \times 10^4$
4	7,2 – 9,6	5,34	12,7	$53,89 \times 10^6$	5,90	$18,48 \times 10^4$
5	9,6 - 12	4,0	12,7	$82,01 \times 10^6$	7,66	$21,68 \times 10^4$
6	12 - 240	4,0	12,7	$82,01 \times 10^6$	7,66	$21,68 \times 10^4$

Une analyse numérique de fluage du joint de colle du prototype a été ensuite effectuée en utilisant le modèle équivalent de Burgers dans chacune des 6 zones définies, et dans lesquelles les paramètres de modèle de Burgers correspondants à la contrainte moyenne identifiée ont été introduits. Dans cette modélisation, les adhérents (béton, PRF) présentent les comportements élastiques linéaires isotropes utilisés pour le calcul de la réponse immédiate du prototype. De même, le maillage, les conditions aux limites, la géométrie et les conditions de

chargement de ce modèle EF ont été conservées pour ce nouveau calcul.

Pour présenter les résultats du modèle, nous avons, comme dans le calcul élastique, moyenné les déformations calculées sur les mêmes longueurs que celles des jauges dont on cherche à comparer la mesure. Ces données sont notées «EF - Valeurs moyennes de la déformation longitudinale».

Les résultats de la confrontation de la simulation et de la mesure sont présentés sur la Figure III-53. On peut y constater que le modèle reproduit assez fidèlement le profil expérimental. Il sous-estime cependant légèrement la déformation de fluage dans les régions les moins sollicitées tout en les surestimant à proximité du front de colle du côté du bord chargé.

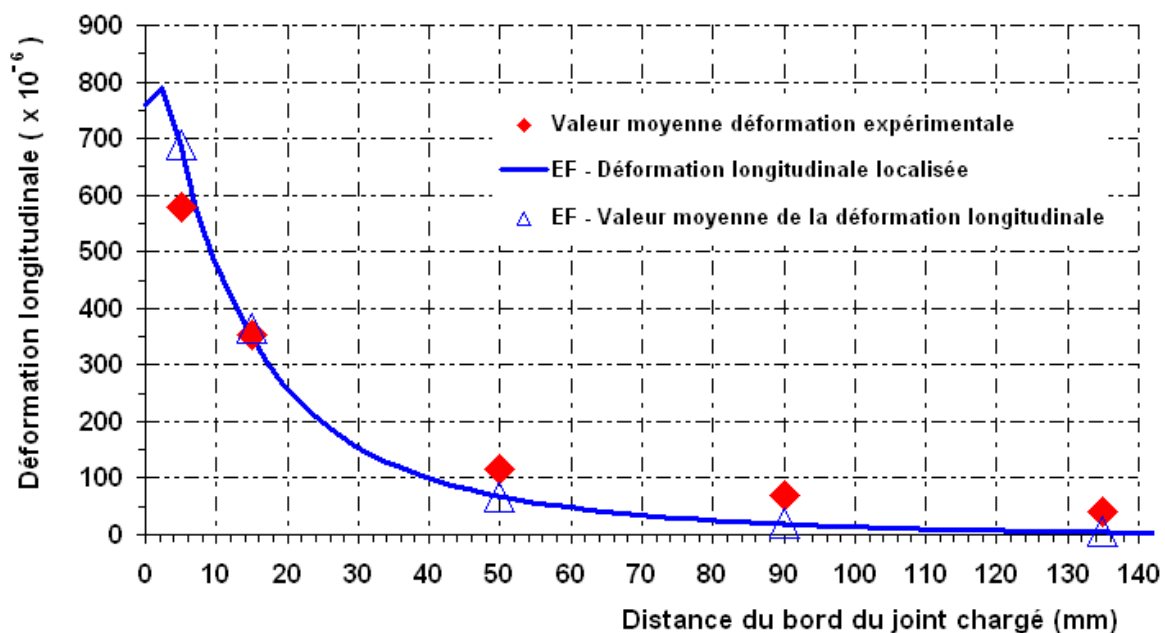


Figure III-53 Déformations longitudinales mesurées sur la facette supérieure du plat de PRF le long du recouvrement après un mois de fluage – Comparaison entre l'analyse EF (fluage non-linéaire) et le profil expérimental.

Plusieurs profils de répartition de la contrainte de cisaillement le long du recouvrement ont été calculés et sont confrontés sur la Figure III-54. Ces profils sont ceux de :

- la répartition des contraintes de cisaillement le long de l'interface collée calculée après chargement, déterminé par le modèle EF élastique (réponse élastique instantané),
- la répartition des contraintes de cisaillement le long de l'interface collée après un mois de fluage, calculée avec le modèle de fluage linéaire (modèle équivalent de Burgers),

c'est-à-dire en ne considérant qu'un seul jeu de paramètre du modèle de fluage pour l'ensemble du domaine représentatif de la couche de colle (Les paramètres du modèle de Burgers ont été calculé en utilisant les équations établies dans le Chapitre II).

- la distribution des contraintes de cisaillement le long de l'interface collée après un mois de fluage, calculée sous l'hypothèse d'un comportement de fluage non linéaire introduit en affectant un jeu de paramètre du modèle de fluage par zone.

Les résultats présentés sur la Figure III-54, indiquent que le fluage (linéaire et non-linéaire) provoque une redistribution des contraintes le long du joint à recouvrement. Les deux modèles de fluage prédisent une diminution importante du pic de contrainte de cisaillement au bord chargé du joint de colle, par rapport au profil de contrainte instantané. Cependant, la baisse de la contrainte à l'extrémité du joint est beaucoup plus importante dans le cas du modèle de fluage non linéaire. Ce modèle prévoit de plus un décalage de la contrainte maximum qui s'éloigne du bord chargé du joint d'une distance de 8 mm. Ce résultat est d'un intérêt primordial, surtout en ce qui concerne la durabilité et la performance à long terme des assemblages collés, car il suggère que le fluage tend à réduire les concentrations de contraintes dans ces assemblages collés. Il demande cependant à être confirmé par une étude numérique plus poussée (par exemple en intégrant réellement le modèle non-linéaire).

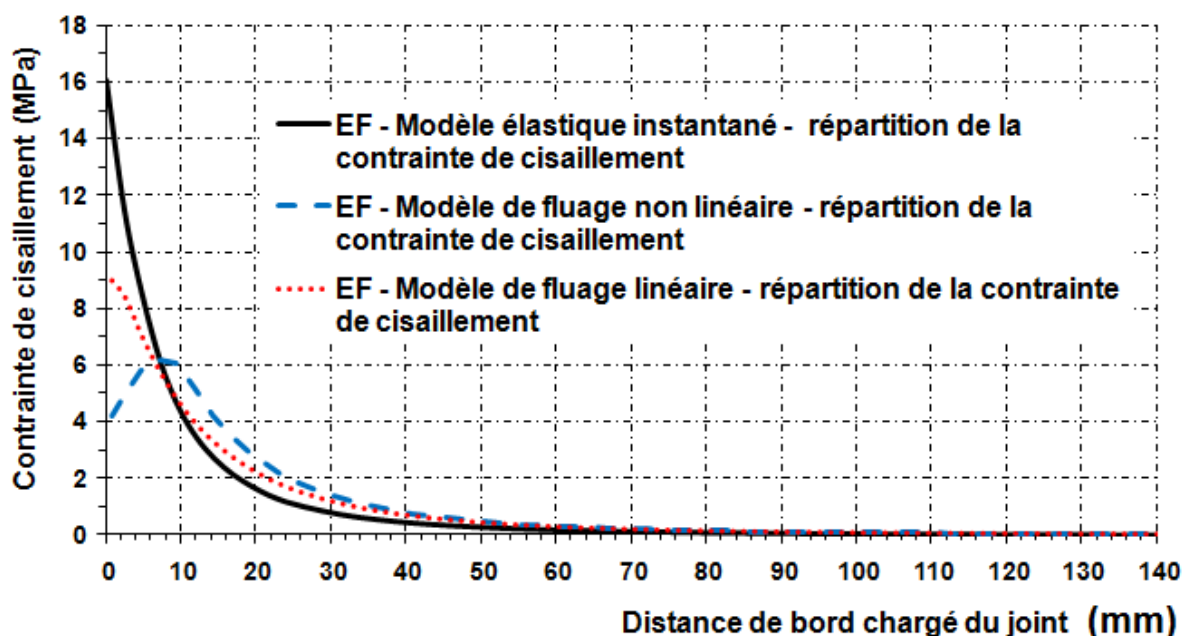


Figure III-54 Comparaison entre les répartitions de la contrainte de cisaillement le long de l'interface collée obtenue par les différents modèles EF (instantané, après un mois de fluage linéaire, après un mois de fluage non linéaire).

Durant le chargement (instantané ou de fluage), l'effort de traction appliqué aux plats en PRF est transmis vers le support béton. Ce transfert de contrainte entre les adhérents est effectué à travers le fonctionnement en cisaillement dans la couche adhésive. Les résultats expérimentaux ainsi que ceux issues des modélisations analytiques et numériques montrent l'existence d'une importante concentration des contraintes de cisaillement à proximité du bord chargé. Les mesures publiées par plusieurs auteurs nous apprennent que la contrainte de cisaillement se répartit ensuite sur une courte longueur dite *longueur d'ancrage* (par ex. [SIE 02] ou [COT 09]). Plusieurs définitions existent pour la longueur d'ancrage (voir par exemple [Tal 97] ou [CHE 01]). Pour Yuan [YUA 05], la longueur d'ancrage correspond à la longueur collée à travers laquelle 97% de la charge appliquée sur le plat PRF est transmis au support béton (pour un joint dont la longueur est très grande devant la longueur d'ancrage). Si nous retenons cette définition, il est possible de calculer les valeurs des longueurs d'ancrage relatives aux trois courbes affichées sur la Figure III-54. Ces résultats, présentés dans le Tableau III.8, indiquent que le fluage provoque une augmentation significative de la longueur d'ancrage par rapport à la valeur initiale déterminée à partir de la réponse élastique instantanée. Là encore, il s'agit d'un phénomène susceptible d'améliorer la durabilité à long terme des joints collés. Ce type de comportement (augmentation de la longueur d'ancrage) a déjà été constaté par d'autres auteurs [BEN 11] dans le cadre d'une étude de durabilité, mais sur des joints soumis à un vieillissement hygrothermique sans sollicitation mécanique.

Tableau III.8: Longueurs d'ancrages calculées à partir des profils de répartition des contraintes de cisaillement obtenues par les modèles EF.

<i>Modèle EF</i>	<i>Longueur d'ancrage (mm)</i>
Elastique instantané	72,0
Fluage non linéaire	81,6
Fluage linéaire	80,4

III.5. Conclusion du Chapitre III

Ce chapitre a tout d'abord présenté les principes et détails de conception d'un dispositif expérimental innovant destiné à la caractérisation en fluage des interfaces collés béton/PRF. Une importante exigence était de limiter le volume de ce dispositif de sorte qu'il puisse être installé dans une chambre de vieillissement climatique, ce qui permettra ainsi de combiner la sollicitation mécanique au vieillissement hygrothermique et d'en étudier les effets synergiques. Le système de chargement imaginé se base sur l'utilisation de vérins plats hydrauliques.

Dans ce contexte, un banc de fluage prototype, permettant de solliciter en fluage simultanément trois dispositifs, et donc trois corps d'épreuve à double recouvrement, a été conçu, construit, puis mis en œuvre. Une instrumentation spécifique des corps d'épreuves par jauges de déformation a permis de suivre l'évolution du profil de déformation le long du recouvrement lors des essais de fluage. Les résultats expérimentaux ainsi acquis sur ce prototype ont tout d'abord permis de valider le fonctionnement instantané du dispositif expérimental innovant. Cette validation a été complétée par des calculs analytiques et des simulations numériques de la réponse du joint collé suite à la mise en charge. La cohérence de l'ensemble des résultats (numériques, analytique et expérimentaux) a de plus été considérée comme un élément fort de validation du modèle aux EF réalisé.

Le prototype a ensuite fourni les premières mesures relatives aux essais de fluage des interfaces menés sur un mois.

Dans une seconde étape de modélisation, nous nous sommes intéressés au modèle de fluage non linéaire de l'adhésif Sikadur®-30 identifié dans le Chapitre II. Une utilisation pertinente des modèles de fluage existant dans le code aux éléments finis CESAR-LCPC nous a tout d'abord permis de reproduire le modèle de Burgers linéaire. Par contre, pour rendre compte du caractère non-linéaire du modèle tel qu'identifié expérimentalement, nous avons dû diviser le domaine représentatif de la couche de colle dans le modèle aux EF, en plusieurs zones affectées chacune d'un modèle linéaire de Burgers. Cette astuce permet, en première approche de simuler le comportement en fluage non linéaire de l'assemblage collé. Le profil de répartition des déformations le long du recouvrement ainsi calculé pour un mois de fluage a fourni des résultats en bon accord avec les mesures.

Par rapport au profil de cisaillement instantané, les résultats du calcul du comportement en fluage révèlent une augmentation de la longueur d'ancrage et une diminution de la contrainte en bord de collage. La simulation du fluage non linéaire prédit une redistribution

importante des contraintes le long du recouvrement, avec un décalage de la contrainte maximum qui s'éloigne du bord chargé. Ces résultats demandent cependant à être confirmés par des calculs complémentaires plus complexes, nécessitant l'intégration d'un modèle réellement non linéaire, et non linéaire par parties.

Il n'en reste pas moins que de tels résultats doivent être pris en compte dans le cadre d'une étude rationnelle de la durabilité. Les changements induits par le fluage peuvent en effet offrir des effets bénéfiques sur la durabilité à long terme des assemblages collés vis-à-vis d'une analyse élastique formulée en ne considérant que la concentration de contrainte en bord de collage. Ces phénomènes, nécessitent cependant encore de nombreuses études expérimentales supplémentaires dont la plupart ne seront pas réalisés dans le cadre de cette thèse. Nous allons cependant par la suite, nous intéresser à l'un de ces aspects et étudier l'évolution de la résistance résiduelle de l'interface béton/PRF après différentes périodes de vieillissement couplé mécanique/hygrothermique.

CHAPITRE IV

Etude du fluage des interfaces collées couplé à une sollicitation hygrothermique

Le programme d'essai présenté dans ce dernier chapitre vise à répondre au besoin de données expérimentales concernant la durabilité des joints collés, identifié lors de l'étude bibliographique. En effet, comme nous l'avons souligné, la combinaison d'une sollicitation mécanique et d'un environnement agressif peut éventuellement accentuer les phénomènes de dégradation et mettre en péril la pérennité du joint collé.

Une partie importante des travaux présentés dans ce manuscrit a été consacrée à la conception et à la validation du prototype de banc de fluage des interfaces collées. Cependant pour tirer pleinement parti de ce dispositif expérimental, il est nécessaire de l'utiliser dans le cadre d'une méthodologie complète, comportant les étapes suivantes :

- la réalisation du vieillissement de l'interface sous charge,
- la caractérisation du comportement viscoélastique de l'adhésif seul, notamment par l'établissement de courbes maîtresses,
- la réalisation d'essais destructifs pour évaluer la résistance résiduelle des joints collés après vieillissement.

Cette méthodologie a déjà été suivie dans les chapitres précédents pour étudier le comportement sous charge (fluage) des interfaces collées, en l'absence de vieillissement environnemental additionnel. Pour la suite de ces travaux dédiés à l'étude des effets couplés des sollicitations mécanique et environnementale, il est nécessaire d'adapter les différentes étapes de la méthodologie comme suit :

- réalisation du vieillissement de l'interface sous charge et en atmosphère agressive (humidité relative et température élevées),
- étude de l'évolution des propriétés de l'adhésif seul, sous sollicitation environnementale pour certaines éprouvettes et sous sollicitations couplées pour d'autres éprouvettes,
- réalisation d'essais destructifs pour évaluer les évolutions de résistance résiduelle des joints collés après sollicitations couplées mécanique et hygrothermique.

Dans la suite de ce chapitre, nous allons décrire le programme de la campagne expérimentale

lancée peu avant la fin des travaux de cette thèse. Cette recherche devant se dérouler pendant une année, seuls les essais de caractérisation initiale (à T_0) et quelques résultats de la première échéance de vieillissement ($T_1 = T_0 + 1\text{mois}$) seront présentés. Il nous semblait cependant important de fournir les détails de cette campagne car sa définition et son lancement ont représenté une part importante du travail réalisé. De plus, les premières mesures, outre leur intérêt scientifique, démontrent la faisabilité des différents essais.

Pour des raisons pratiques, l'intervalle de 1 mois ($T_1 = T_0 + 1\text{mois}$) n'a pas toujours été strictement respecté pour toutes les séries d'essai. Pour simplifier la lecture de ce chapitre, nous garderons le terme « T_1 » pour faire référence à la première échéance de vieillissement sur le type d'éprouvettes considéré mais la durée exacte de l'échéance de vieillissement sera par contre systématiquement précisée.

IV.1. Description du programme expérimental

IV.1.1 Généralités

La campagne expérimentale décrite dans ce chapitre a pour but d'étudier et d'évaluer l'évolution des performances mécaniques des joints collés béton/PRF soumis à une sollicitation de fluage couplée à un vieillissement hygrothermique (exposition dans une chambre climatique à 40°C et 95 % d'humidité relative). La température de 40°C (légèrement inférieure à la température de transition vitreuse (T_g) des résines époxy étudiées), couplée à l'effort mécanique appliqué au sein de la couche adhésive, est sensée accélérer les phénomènes de sorption d'humidité et les dégradations associées. Ces conditions de vieillissement sont ainsi susceptibles d'engendrer une évolution significative des performances des joints collés testés.

Dans le cadre de cette recherche deux systèmes de renforcement par PRF disponibles sur le marché national ont été étudiés. Chacun des deux systèmes de renforcement est basé sur l'utilisation de plats pultrudés à base de fibres de carbone et d'un adhésif époxy capable de polymériser à température ambiante. Des corps d'épreuves à double recouvrement (identiques à ceux présentés dans le Chapitre III) ont été fabriqués en appliquant ces deux systèmes de renforcement. Le vieillissement accéléré des corps d'épreuves est effectué dans la chambre de vieillissement du Département Laboratoire d'Autun (DLA). L'interface collée béton/composite y est sollicitée mécaniquement en fluage durant la période de conservation dans la salle de vieillissement grâce à un système hydraulique centralisé et des vérins plats selon le principe mis en œuvre sur le prototype (voir Chapitre III), mais dont les capacités ont été étendues.

Pour suivre l'évolution de la résistance résiduelle de l'interface collée béton/PRF après différentes périodes de vieillissements, un corps d'épreuve issu de chacun des deux systèmes de renforcement sera régulièrement prélevé pour être soumis à des essais destructifs. Ces essais destructifs seront basés sur le principe de l'essai de cisaillement à simple recouvrement complété par des essais de pastillage réalisés sur des zones sollicitées ou non sollicitées mécaniquement. De tels essais permettront de dissocier plus précisément l'effet du vieillissement hygrothermique de l'effet du vieillissement couplé. Lors des essais destructifs, les corps d'épreuve à simple recouvrement (obtenus par usinage des systèmes à double recouvrement) seront instrumentés, de manière à pouvoir identifier une éventuelle modification du mécanisme de transfert des efforts induite par le vieillissement du joint collé.

Le suivi de l'évolution du fluage du joint sous sollicitation couplée sera réalisé durant toute la période de vieillissement. Pour cela, un corps d'épreuve de chacun des systèmes a été instrumenté par un ensemble de capteurs qui suivront en continu le déplacement de fluage des blocs en béton (déplacement relatif d'un bloc par rapport à l'autre).

Comme cela a déjà été démontré par plusieurs auteurs, le vieillissement environnemental (exposition à l'humidité et à la température), peut affecter non seulement l'intégrité des deux liaisons interfaciales dans le joint collé béton/FRP, mais aussi les propriétés du matériau adhésif lui-même. Pour étudier cette éventuelle évolution des propriétés de l'adhésif, des essais de vieillissement sous contrainte sont réalisés sur des éprouvettes massives fabriquées à partir des adhésifs étudiés et mises en charge en traction dans la salle de vieillissement du DLA. D'autres éprouvettes massives ne sont soumises qu'aux conditions environnementales de la salle de vieillissement. A l'instar de ce qui sera fait pour les corps d'épreuve béton/composites, une série de trois échantillons de chacun des deux systèmes de colle sera régulièrement prélevée pour être soumis à des essais destructifs de traction. Ces essais nous permettront de distinguer l'effet du vieillissement hygrothermique pur (évalué à partir des essais sur les éprouvettes non chargées mécaniquement), et l'effet de synergie lié au couplage des sollicitations mécanique et hygrothermique, sur les propriétés mécaniques (modules et résistance) de chacun des systèmes d'adhésifs.

IV.1.2 Salle de vieillissement hygrothermique du Département Laboratoire d'Autun

Les corps d'épreuve et les échantillons de colle ont été stockés dans la salle de vieillissement du Département Laboratoire d'Autun, spécialement aménagée et équipée de systèmes de régulation de température et d'humidité pour les besoins de cette étude. La durée programmée de vieillissement est de un an. La géométrie optimisée des corps d'épreuves à double recouvrement a rendu possible le stockage de quatorze de ces corps d'épreuves. La salle est de plus équipée d'un dispositif de fluage par traction directe (portique) destiné aux échantillons d'adhésifs massifs (ce dispositif sera décrit plus tard dans ce chapitre). La Figure IV-1 montre un plan de la salle de vieillissement précisant la disposition des corps d'épreuves à double recouvrement et du portique métallique.

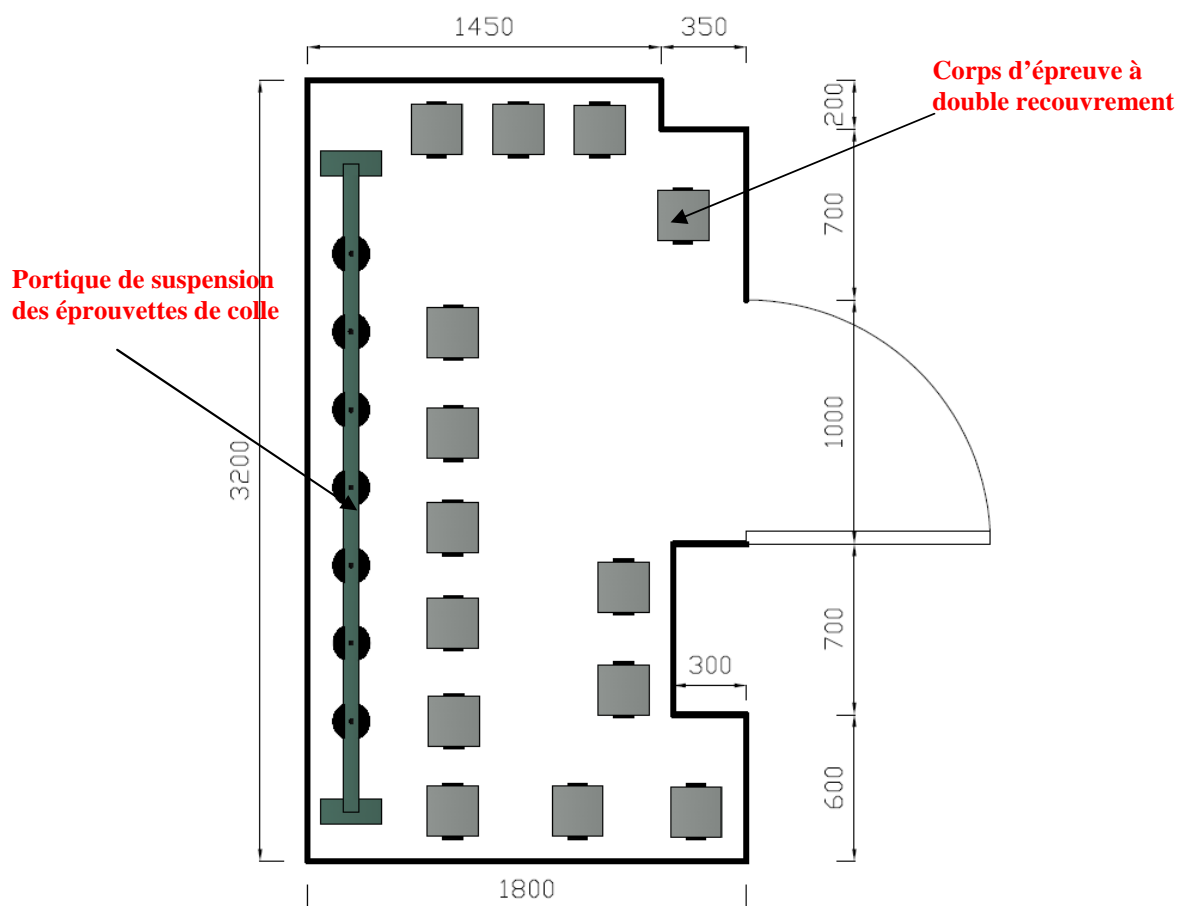


Figure IV-1 Plan de stockage des corps d'épreuve dans la salle de vieillissement (dimensions en mm).

Un humidificateur « HumiSteam Wellness » commercialisé par CAREL France a été utilisé dans cette salle. Il produit de la vapeur non pressurisée à partir d'éléments résistifs immergés dans un cylindre bouilloire contenant de l'eau. La vapeur ainsi produite humidifie la salle de vieillissement. L'humidificateur installé à l'extérieur de la salle est relié par une canalisation à un distributeur ventilé de vapeur installé à l'intérieur de la salle. Ce système permet de réguler la température et l'humidité. On obtient ainsi une température uniforme de 40°C et une humidité relative de 95 %. Un capteur spécifique a été installé à l'intérieur de la salle et en assure la gestion et le contrôle de la température et de l'humidité. Un exemple de relevé de mesure est présenté sur la Figure IV-2. Les variations très ponctuelles qui apparaissent sur les courbes de la Figure IV-2 correspondent à des ouvertures de l'enceinte pour vérification du bon déroulement de l'essai.

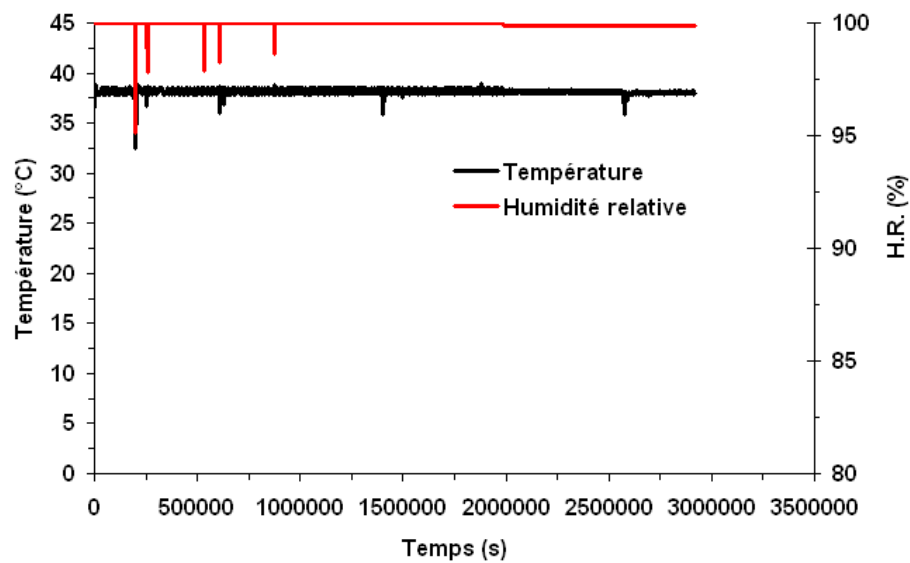


Figure IV-2 Suivi des conditions environnementales dans la salle de vieillissement.

IV.1.3 Principe et application de la sollicitation de fluage/vieillessement hygrothermique des joints collés

i) Fabrication des corps d'épreuve pour l'étude des joints collés

Dans le cadre de cette étude quatorze corps d'épreuves à double recouvrement dont la géométrie et les dimensions sont présentées dans le Chapitre III ont été fabriqués. Cet ensemble de corps d'épreuve est constitué de :

- sept corps d'épreuves renforcés par le procédé Sika®Carbodur® qui associe des lamelles pultrudées Sika®Carbodur®S812/120 (à base de fibres de carbone - Voir caractéristiques mécaniques en Tableau III.1 et en Annexe A) à l'adhésif structural Sikadur®-30 [CST 11-b]
- et de sept corps d'épreuves renforcés par le procédé Compodex® qui associe les lamelles pultrudées Compodex C12 (à base de fibres de carbone - Caractéristiques mécaniques indiquées en Annexe A) à l'adhésif structural Etacol 492 [CST 11-a].

Les corps d'épreuves à double recouvrement ont été fabriqués au Département Laboratoire d'Autun suivant la procédure décrite dans le Chapitre III. Ainsi 64 blocs de béton de dimensions 410 x 210 x 102,5 mm³ ont été fabriqués à partir de 8 gâchées. Pour chaque gâchée, 4 cylindres de contrôle de diamètre 11 cm et de hauteur 22 cm ont été réalisés, afin de déterminer la résistance en compression du béton préalablement à la mise en vieillissement (échéance T0). A titre d'illustration, la Figure IV-3 montre les sept corps d'épreuves fabriqués en utilisant le procédé de renforcement Compodex®.



Figure IV-3 Corps d'épreuves à double recouvrement réalisés en utilisant le procédé de renforcement Compodex®.

En complément des quatorze corps d'épreuve à double recouvrement, quatre échantillons à simple recouvrement ont été fabriqués pour chacun des deux procédés étudiés, afin de caractériser le comportement mécanique des assemblages collés avant vieillissement (résistance à la rupture et longueur d'ancrage par exemple). La Figure IV-4 illustre les étapes de fabrication des quatre corps d'épreuves à simple recouvrement renforcés par le procédé *Compodex*®. Certains des corps d'épreuve testés ont été équipés de jauges. Les résultats de ces essais de caractérisation initiale (T0) seront présentés plus loin dans ce chapitre, lors de leur confrontation avec les essais de l'échéance T1 ($T1=T0+1$ mois).

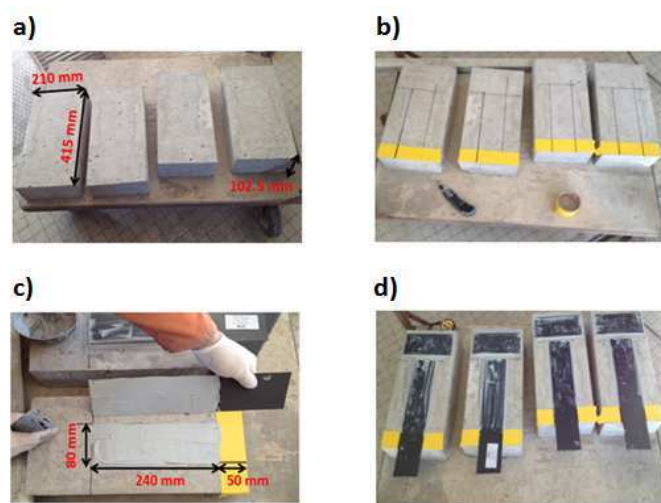
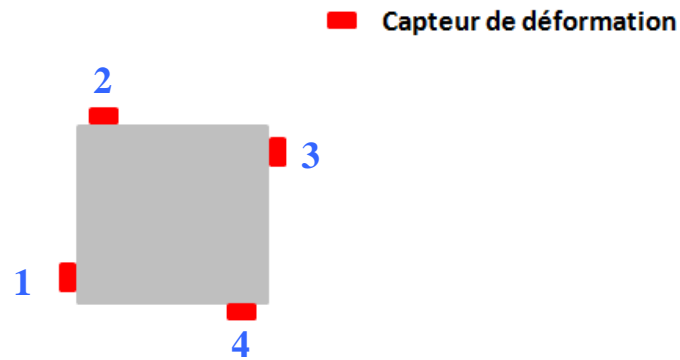


Figure IV-4 Réalisation des échantillons à simple recouvrement (procédé de renforcement *Compodex*®) : Blocs de béton (a), traçage des zones de collage sur les blocs de béton (b), application de l'adhésif sur le béton et la lamelle (c) et aspect final des échantillons (d).

ii) Instrumentation des corps d'épreuve et centrale d'acquisition

Deux corps d'épreuve à double recouvrement (un par procédé de renforcement) ont été équipés de quatre capteurs de déplacement LVDT (Solartron Metrology, disposant d'une course de 10 mm) selon le principe d'instrumentation présenté sur la Figure IV-5. Cette instrumentation permet de suivre le déplacement relatif d'un bloc par rapport à l'autre, consécutif à la déformation de fluage (et au vieillissement) du joint collé. Elle permet de plus d'identifier une éventuelle rotation d'un bloc (Figure IV-5). Les corps d'épreuve devant être retirés de la salle de vieillissement deux par deux (un par système de renforcement testé) au fur et à mesure des échéances de caractérisation, ce sont bien entendu les deux corps d'épreuve instrumentés qui seront testés lors de la dernière échéance.

(a)



(b)

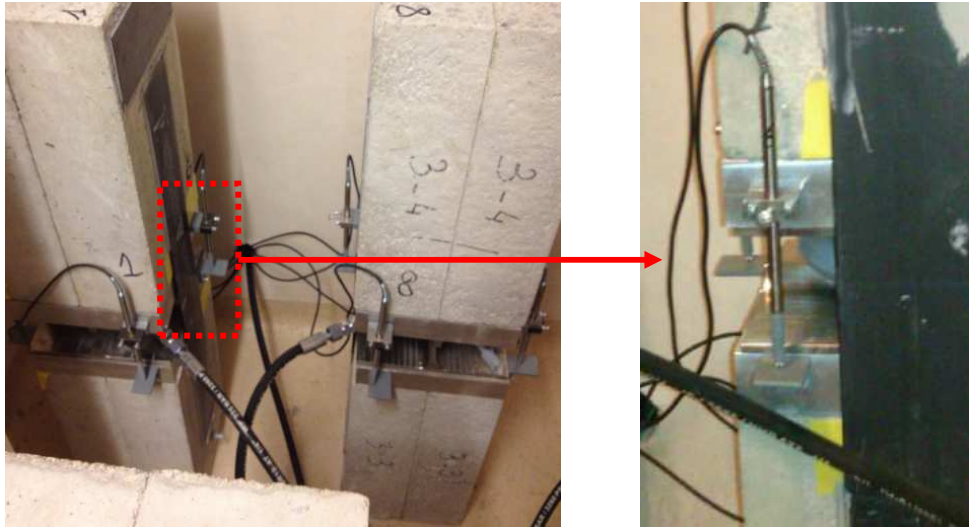


Figure IV-5 Détail d'instrumentation par LVDT des deux corps d'épreuves : Schéma présentant la position des capteurs sur chaque corps d'épreuve, vue de dessous (a); Photo de l'instrumentation des corps d'épreuves par LVDT (b).

La centrale d'acquisition utilisée lors de ces essais est composée de deux stations SPEEDER possédant chacune huit entrées analogiques. Les huit capteurs LVDT installés sur les deux corps d'épreuve instrumentés, ainsi que le capteur de pression pilotant la centrale hydraulique (voir section suivante), sont reliés à la centrale d'acquisition afin d'assurer une mesure continue du déplacement entre les blocs de béton et de la pression hydraulique dans le circuit.

iii) Système hydraulique

L'essai consiste à solliciter l'interface collée béton / composite en imposant un effort constant repris par les plans de collage. Ainsi, le système hydraulique doit appliquer une pression hydraulique dans les vérins plats, cette pression devant rester constante à une valeur de 32,5 bars pendant toute la durée de l'étude (fixée à un an).

La Figure IV-6 schématise le montage de fluage envisagé. Dans ce montage quatorze corps d'épreuves à double recouvrement sont sollicités simultanément en fluage grâce à un système hydraulique centralisé qui assure le maintien de la pression des vérins hydrauliques. Ce système sophistiqué est constitué :

- 1- d'un accumulateur de 20 litres de type Rexroth Bosch ABSBG (RF50135),
- 2- d'une centrale hydraulique Rexroth Bosch ABSKG (RF 51013) composée :
 - d'un groupe moto-pompe (de 2,9 l/min à 120 bar),
 - d'un limiteur de pression,
 - et d'un réservoir en aluminium de 40 litres avec un filtre retour.
- 3- de 14 vérins plats similaires à ceux utilisés sur le prototype (voir Chapitre III),
- 4- d'une nourrice de distribution équipée de 15 valves,
- 5- d'un capteur de pression électrique lié au circuit hydraulique (Mano-contacteur électronique HEDE10A1-2X/100/K41G24/1/V),
- 6- et de flexibles en caoutchouc renforcés par une tresse en acier (TRANSFLEX 901 02 04), assurant la liaison entre les différents éléments du circuit hydraulique.

Le principe de ce banc de fluage est donc similaire à celui du prototype présenté au Chapitre III. Cependant, ce nouveau circuit est muni d'un capteur qui assure une mesure continue de la pression hydraulique. Le capteur est lié à la centrale hydraulique dont il actionne la mise en marche en cas de chute de pression. Le maintien de pression est donc assuré par l'accumulateur hydraulique pour de faibles chutes de pression, et par la centrale pour compenser des chutes plus importantes. Alors que l'accumulateur fonctionne en circuit fermé, la centrale ouvre le circuit pour y injecter un volume supplémentaire d'huile. Ces deux dispositifs complémentaires visent à compenser la diminution de la pression due à l'ouverture des vérins consécutive au fluage des joints collés.

Comme déjà précisé, le montage de fluage a été installé dans la chambre climatique du Département Laboratoire d'Autun, permettant ainsi de soumettre les corps d'épreuve à une ambiance contrôlée correspondant à une température de 40°C et une humidité relative de 95 %. Seul les corps d'épreuves et les éprouvettes d'adhésifs massiques sont stockés dans la salle de vieillissement, les différentes parties du système hydraulique (accumulateur, centrale hydraulique, capteur de pression) étant par contre installées à l'extérieur de cette salle.

La Figure IV-6 propose un schéma du circuit hydraulique et de la chaîne d'acquisition, alors que la Figure IV-7 illustre les différentes composantes (dont l'instrumentation) du banc de fluage. Une photographie d'une partie du banc de fluage en fonctionnement dans la salle de vieillissement du DLA est proposée sur la Figure IV-8.

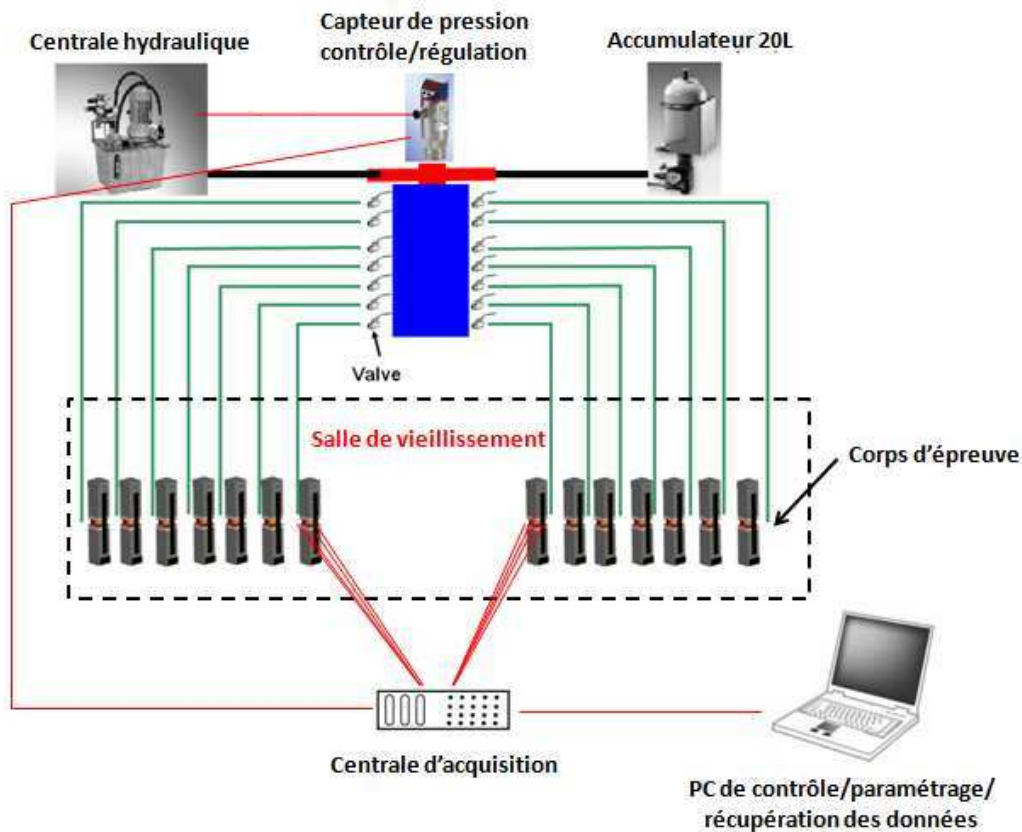


Figure IV-6 Schéma du circuit hydraulique et de la chaîne d'acquisition du banc de fluage.

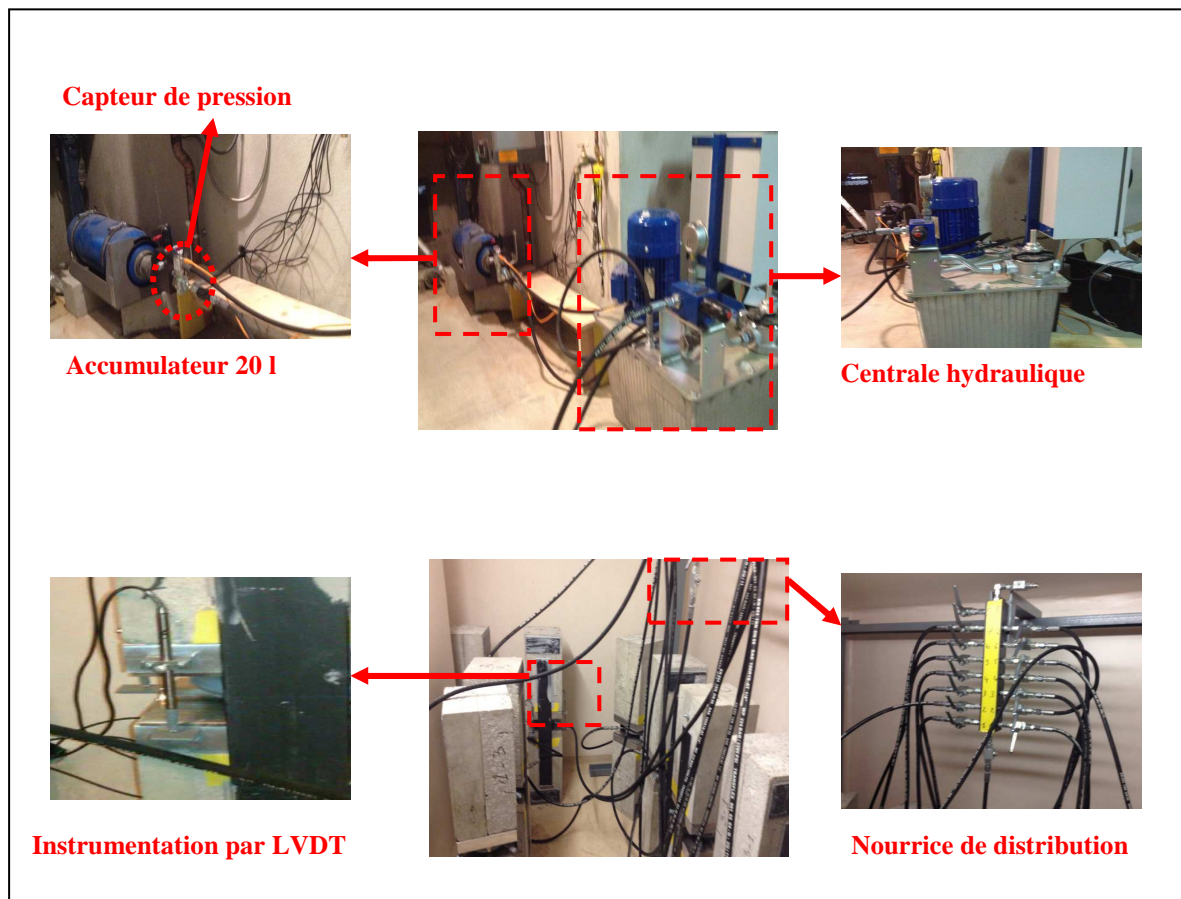


Figure IV-7 Détails du banc de fluage : Centrale hydraulique et accumulateur 20 l (a);
Corps d'épreuves, nourrice de distribution et instrumentation par LVDT (b).



Figure IV-8 Banc de fluage en fonctionnement dans la salle de vieillissement du DLA.

La Figure IV-9 présente le suivi de la pression dans le circuit hydraulique. Sur cette période de suivi, on peut constater que la pression hydraulique a été quasi-constante et très proche de la valeur de 32,5 bars programmée pour le système de chargement hydraulique.

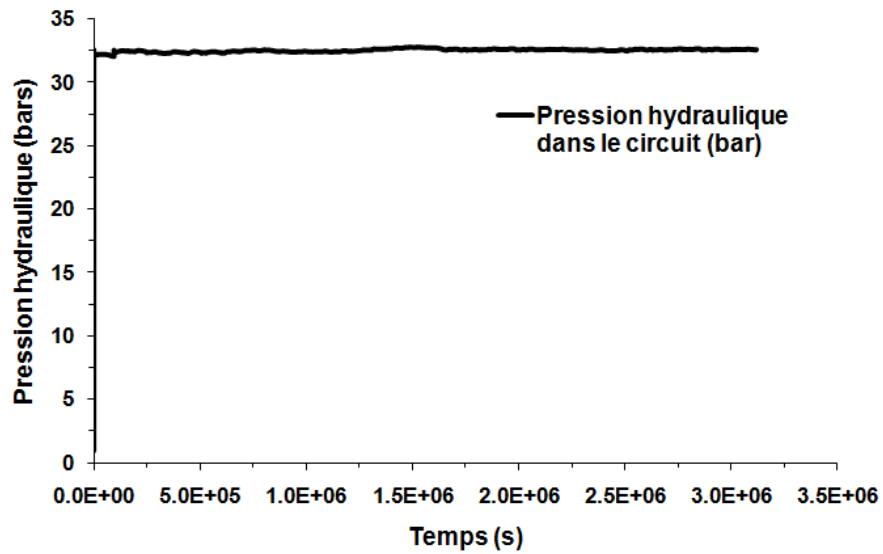


Figure IV-9 Suivi de la pression hydraulique dans le circuit.

IV.1.4 Essais de vieillissement sur éprouvettes d'adhésifs

En complément des essais sur joints collés, des essais de vieillissement hygrothermique et de vieillissement hygrothermique sous contrainte sont réalisés sur des échantillons massiques des deux types d'adhésifs étudiés. Afin d'appliquer la sollicitation mécanique sur ces éprouvettes, un dispositif de fluage par traction directe (portique) a été installé dans la chambre climatique.

i) Fabrication des échantillons

Les échantillons devant être sollicités mécaniquement durant le vieillissement sont des éprouvettes de forme d'haltères fabriquées à partir des deux adhésifs Sikadur 30 et Etacol 492 (Voir Tableaux II.1 et II.2). La Figure IV-10 présente la géométrie des échantillons fabriqués. La partie centrale de l'éprouvette présente une section de $5 \times 5 \text{ mm}^2$.

Certaines éprouvettes de géométrie semblable seront stockées dans la salle de vieillissement sans subir de sollicitation mécanique durant leur période de vieillissement.

A chaque échéance, certaines éprouvettes, ayant pour certaines subi la sollicitation mécanique, seront retirées de la salle de vieillissement pour être testées en traction. La connaissance

- des caractéristiques mécaniques initiales,
- des caractéristiques mécaniques mesurées après vieillissement hygrothermique
- et des caractéristiques mécaniques mesurées après un vieillissement couplé

devrait permettre une analyse pertinente du vieillissement des adhésifs.

D'autres éprouvettes ont été conservées à l'ambiante pour les essais de contrôle.

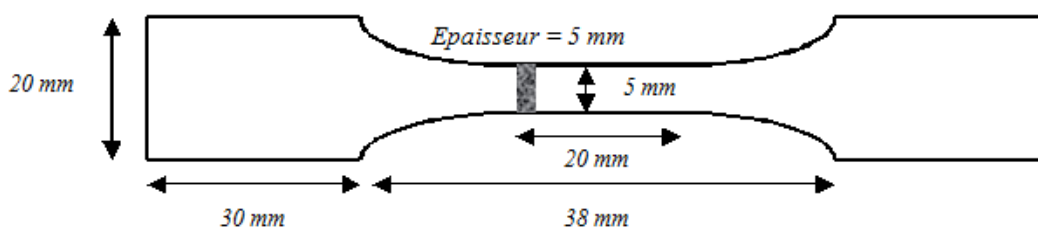


Figure IV-10 Géométrie et dimensions des échantillons d'adhésifs massiques.

Les échantillons ont été préparés en respectant le rapport stœchiométrique des deux constituants de chacun des deux adhésifs (résine et durcisseur). La procédure de fabrication des échantillons d'adhésifs est la suivante :

- le mélange pâteux est injecté soigneusement dans des moules en silicone,
- après 24 h de polymérisation et de confinement sous température et humidité constantes ($T=21^{\circ}\text{C}$, H.R.=50%), les échantillons sont démoulés et conservés dans les mêmes conditions (Figure IV-11).



Figure IV-11 Moulage des éprouvettes haltères.

Des suivis de masse seront réalisés périodiquement sur des éprouvettes des deux systèmes d'adhésifs, sollicitées ou non sollicitées mécaniquement, afin d'évaluer l'effet des contraintes mécaniques sur la cinétique de sorption en eau de ces matériaux.

Des observations au MEB seront effectuées sur les éprouvettes ayant subi les essais destructifs, de manière à caractériser les différentes faciès de rupture obtenus. Des analyses par DSC seront également réalisées sur ces éprouvettes pour déterminer l'influence du vieillissement hygrothermique (essais sur les éprouvettes non suspendues mais stockées dans la salle de vieillissement), ainsi que l'effet de synergie des contraintes mécaniques et hygrothermiques sur la microstructure de chacun des systèmes d'adhésifs (essais sur les éprouvettes suspendues dans la salle de vieillissement).

ii) Portique de sollicitation des éprouvettes massives

Une partie des échantillons massifs d'adhésifs a été suspendue à un portique spécialement construit à cet effet et placé dans la salle de vieillissement. Ces échantillons attachés à un poids subissent donc un effort de traction constant, couplé au vieillissement hygrothermique. Le dispositif de sollicitation mécanique est constitué d'un cadre métallique supportant six lignes de six éprouvettes accrochées l'une à l'autre (trois échantillons de chaque type d'adhésif) et une ligne de dix échantillons accrochés l'un à l'autre (cinq échantillons de chaque type d'adhésif). Le chargement est appliqué en accrochant des poids au dernier échantillon de chaque ligne (voir Figure IV-12).

Le poids de 20kg sollicite les éprouvettes suivant une contrainte de 8 MPa.

Les éprouvettes accrochées sur la ligne de 10 échantillons sont destinées à réaliser le suivi des prises de masse, en vue d'évaluer la cinétique de sorption d'eau.



Figure IV-12 Portique de sollicitation de traction des éprouvettes massives.

iii) Synthèse des essais à réaliser sur les éprouvettes massives

De nombreuses éprouvettes massives ont été fabriquées. Nous résumons ici les essais à réaliser.

Un dispositif de fluage par traction directe a été installé dans la salle de vieillissement.

Ce dispositif est constitué d'un cadre métallique supportant sept lignes :

- six lignes comprenant chacune six échantillons accrochés l'un à l'autre (trois échantillons de chaque type d'adhésif),
- une ligne de dix échantillons accrochés l'une à l'autre (cinq échantillons de chaque type d'adhésif).

A chacune des six échéances de vieillissement, une ligne suspendue doit être prélevée pour réaliser des essais destructifs de traction afin de caractériser la résistance résiduelle et l'évolution des modules de ces échantillons.

En parallèle 36 échantillons de forme haltère (18 échantillons de chaque type d'adhésif) sont disposés dans la salle de vieillissement sans chargement. A chacune des six échéances de vieillissement (les mêmes échéances que les échantillons suspendus), trois échantillons de chaque type d'adhésif seront testés en traction. Ceci permettra d'identifier, l'influence du couplage des mécanismes de vieillissement physico-chimiques liés à la sollicitation environnementale (40 °C et 95% H.R.) avec les mécanismes de dégradation mécanique sur l'évolution des propriétés mécaniques de l'adhésif.

La dernière ligne suspendue contenant 10 échantillons est destinée au suivi des prises de masse des deux systèmes de colle durant toute la durée du vieillissement hygrothermique effectué sous chargement mécanique de fluage. En complément dix échantillons de colle (cinq échantillons de chaque type d'adhésif) sont disposés dans la salle de vieillissement sans chargement et subissent des pesées régulières. Ces deux séries d'échantillons (suspendus ou non) permettront d'identifier l'influence du chargement mécanique sur la diffusion de l'eau au sein de l'adhésif.

La Figure IV-13 présente le plan de principe de stockage des éprouvettes dans la salle de vieillissement (T_i , $i=0, 1, 2, 3, 4, 5, 6$ représentant les échéances des essais).

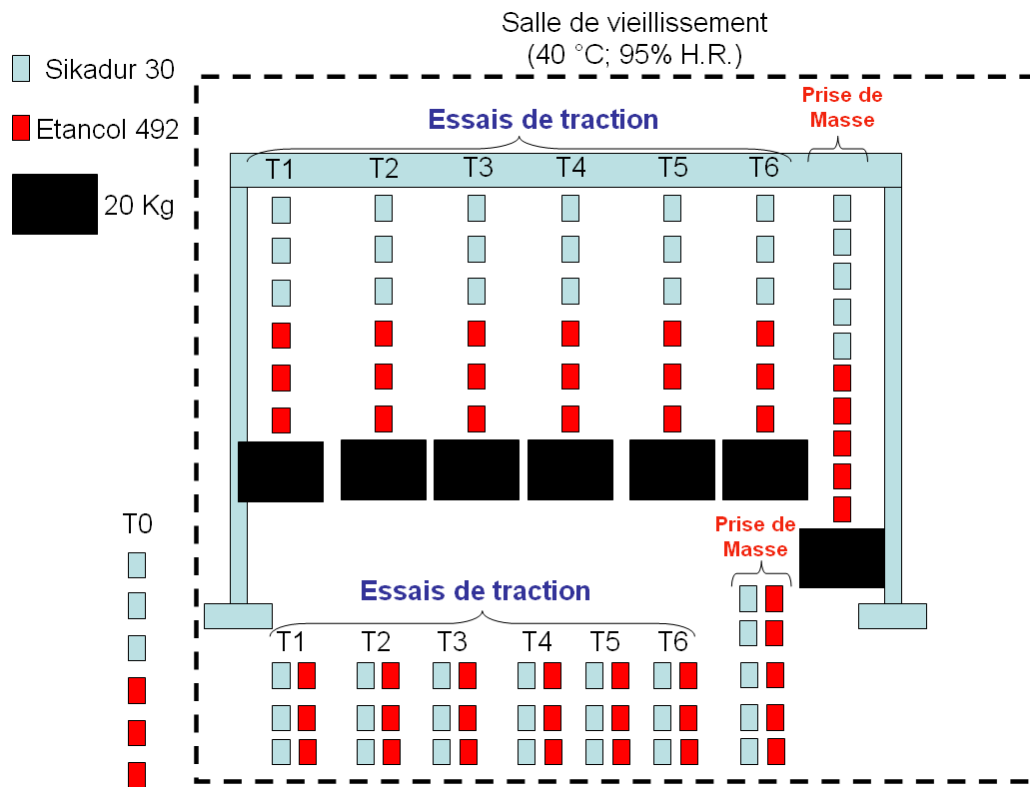


Figure IV-13 Plan de principe des essais de vieillissement sur les échantillons d'adhésifs.

IV.2. Premiers résultats expérimentaux

Dans cette partie, seuls les essais de caractérisation initiale à T0 et certains résultats issus de la première échéance de vieillissement (T1) sont présentés. Ces essais ont été menés sur les éprouvettes en béton, les éprouvettes massiques de colle et sur les corps d'épreuve à simple recouvrement. Certains de ces échantillons ont subi un vieillissement hygrothermique et d'autres un vieillissement couplé avec une sollicitation mécanique. La faible durée de vieillissement prise en compte ici (1 mois) ne permet pas de tirer des conclusions définitives. Cependant quelques tendances semblent se dégager. Rappelons que l'étude se poursuivra sur une année complète.

IV.2.1 Evolution de l'écartement entre les blocs de béton dans les corps d'épreuve à double recouvrement

Comme déjà évoqué dans le paragraphe IV.1.3, deux corps d'épreuve à double recouvrement (un par procédé de renforcement) ont été équipés de quatre capteurs de déplacement LVDT chacun (Voir Figure IV-5). On s'intéresse dans cette partie aux déplacements « de fluage », c'est-à-dire les mesures du déplacement total diminuées de la valeur mesurée immédiatement après la mise en charge (Figure IV-14), notamment afin de ne pas tenir compte des

déplacement dus à la mise en place des pièces mécaniques lors de la mise en charge des corps d'épreuves. Sur la Figure IV-14, les capteurs de déplacement installés sur les corps d'épreuve renforcés par les procédés *Sika®Carbodur®* et *Compodex®* sont respectivement nommés Si et Ci (où i représente le numéro de capteur installé sur le corps d'épreuve – voir Figure IV-5).

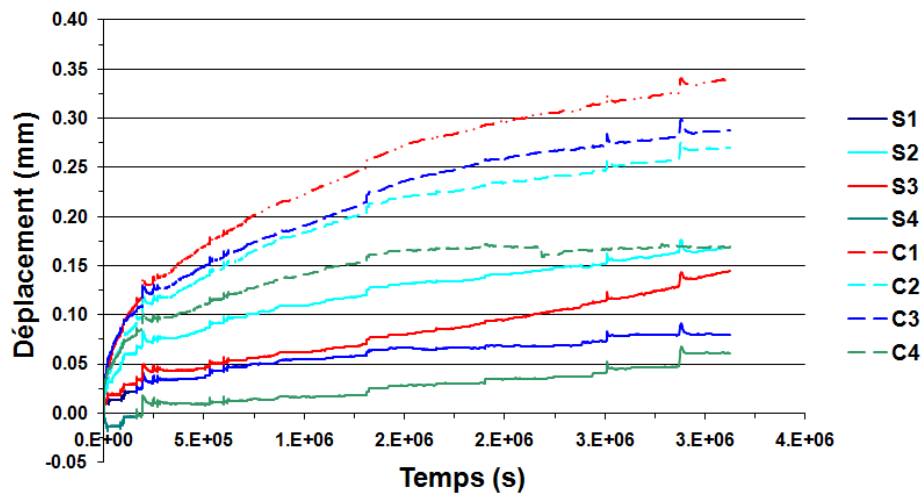


Figure IV-14 Mesures des déplacements de fluage des corps d'épreuves à double recouvrement renforcés par les procédés *Sika®Carbodur®* et *Compodex®*.

La Figure IV-15 représente l'évolution moyenne des déplacements de « fluage » sur les corps d'épreuve renforcés par les procédés *Sika®Carbodur®* et *Compodex®*. Chaque courbe est issue de la moyenne des mesures des quatre capteurs installés sur chaque corps d'épreuve.

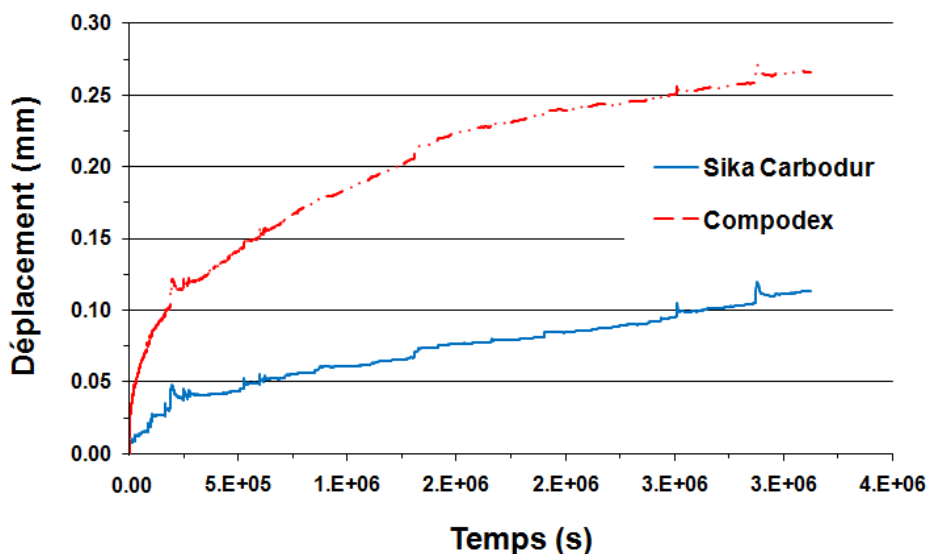


Figure IV-15 Déplacements de fluage des corps d'épreuves à double recouvrement renforcés par les procédés *Sika®Carbodur®* et *Compodex®* (moyenne des mesures des quatre capteurs).

Les mesures présentées sur la Figure IV-14 et la Figure IV-15 indiquent un fluage beaucoup plus important pour le corps d'épreuve renforcé avec le procédé *Compodex®* que pour celui renforcé avec le procédé *Sika®Carbodur®*. Cette constatation est cohérente avec les essais de fluage réalisés sur les échantillons des deux types d'adhésifs (fluage sur 1 mois à 25°C Voir Figure II-23). En effet, ces essais avaient montré que l'introduction d'une teneur élevée en charges minérales dans la matrice époxy (cas de l'adhésif Sikadur 30) contribue à réduire les déformations de fluage en raison des interactions entre particules. Par ailleurs, une concentration élevée en particules minérales contribue aussi à réduire la déformation instantanée de l'adhésif lors de l'application de la sollicitation de fluage, du fait de l'augmentation du module d'élasticité.

IV.2.2 Evolution des propriétés mécaniques du béton

Comme déjà évoqué dans le paragraphe IV.1.3 les blocs de bétons utilisés dans la fabrication des corps d'épreuve ont été coulés selon 8 gâchées réalisées sur deux jours (4 gâchées par jour). Pour chaque gâchée, 4 cylindres de béton de diamètre 11 cm et de hauteur 22 cm ont été fabriqués, 2 cylindres étant destinés à la détermination de la résistance en compression du béton à T0 et les 2 autres à la détermination de la résistance en traction (par fendage). Des

valeurs moyennes de 63 ± 3 MPa et $4,9 \pm 0,3$ MPa ont été obtenues pour les résistances en compression et en traction du béton à T0, respectivement. Ces valeurs correspondent à des moyennes sur 16 éprouvettes provenant des huit gâchées ; les écarts types réduits démontrent une bonne homogénéité du béton entre les différentes gâchées (cf. Annexe B).

Outre la caractérisation initiale du béton, il est nécessaire d'en étudier l'évolution, car la rupture de l'assemblage béton/composite peut survenir de manière cohésive dans le substrat cimentaire. Pour cela, à chaque échéance de vieillissement, trois cubes de dimensions $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ seront découpés dans les blocs de bétons des corps d'épreuves à double recouvrement retirés de la salle de vieillissement à l'échéance considérée.

Ces cubes en béton sont ensuite destinés à subir des essais de compression. Les essais réalisés aux échéances T0 et T1 ont permis de mesurer les résistances moyennes en compression du béton de 50 ± 6 MPa et 51 ± 7 MPa respectivement. Le béton n'a donc pas subi d'évolution significative après un mois de stockage en salle de vieillissement.

IV.2.3 Evolution des propriétés des adhésifs

Dans cette partie, sont présentés les essais de caractérisation initiale (à T0), les mesures de prise de masses au cours du premier mois de vieillissement, ainsi que de certains résultats d'essais effectués à la première échéance de vieillissement (T1 = T0 + 42 jours). Les différents essais ont été réalisés sur les éprouvettes des deux systèmes d'adhésifs non suspendues mais simplement stockées dans la salle de vieillissement (éprouvettes dites non sollicitées mécaniquement), les résultats sur éprouvettes sollicitées n'étant pas disponibles.

i) Cinétiques de sorption

Des essais de prise de masse ont été réalisés périodiquement sur des éprouvettes massives des deux adhésifs (Sikadur 30 et Etacol 492) non sollicitées mécaniquement et simplement stockées dans la salle de vieillissement du DLA (40°C ; 95 % H.R.). La cinétique de prise de masse pouvant être assez rapide et débiter dès le stockage, de nombreuses mesures ont été effectuée entre l'échéance T0 et l'échéance T1.

La géométrie de ces éprouvettes est détaillée sur la Figure IV-10. Cinq éprouvettes sont utilisées pour chaque type d'adhésif étudié afin obtenir une valeur moyenne représentative de la prise en eau. Les conditions de stockage sont illustrées sur la Figure IV-16.



Figure IV-16 Echantillons de deux systèmes d'adhésifs (Sikadur 30 et Etacol 492) stockés dans la salle de vieillissement et destinés aux essais de prise de masse.

La Figure IV-17 permet de comparer les cinétiques de sorption pendant les 42 premières journées de vieillissement des deux adhésifs. Cette figure montre que :

- la cinétique de sorption est plus rapide pour l'adhésif Etacol 492 que pour l'adhésif Sikadur 30 et la masse d'eau absorbée reste globalement plus élevée pour le système Etacol 492 pendant cette première période de vieillissement. Ceci peut être lié, d'une part à la teneur en liant organique plus élevée dans l'adhésif Etacol 492, et d'autre part à la présence de molécules fortement polaires et donc hydrophiles dans ce système (groupements amides),
- au cours du vieillissement (sur la période étudiée), la cinétique de sorption des deux systèmes ralenti mais sans atteindre cependant un équilibre ou une évolution asymptotique. Ainsi, il faudra certainement attendre quelques mois de vieillissement supplémentaires pour pouvoir identifier la nature du comportement de chacun des deux systèmes (comportement Fickien ou non Fickien). Notons que pour les conditions de vieillissement hygrothermique considérées ici (exposition dans l'air humide), on ne devrait pas observer de phénomènes d'extraction de molécules (plastifiants ou autres) comme cela avait été évoqué dans le Chapitre II lorsque les échantillons étaient directement immergés dans l'eau.

A l'issue des 42 jours d'exposition dans la salle de vieillissement à 40°C et 95% H.R., la prise de masse reste faible pour le système Sikadur 30, inférieure à 0,5%. Pour le système Etacol 492 la prise de masse est de l'ordre de 2%. Les cinétiques restent beaucoup plus lentes que celle observées en cas d'immersion directe dans l'eau (cf. paragraphe II.3.1).

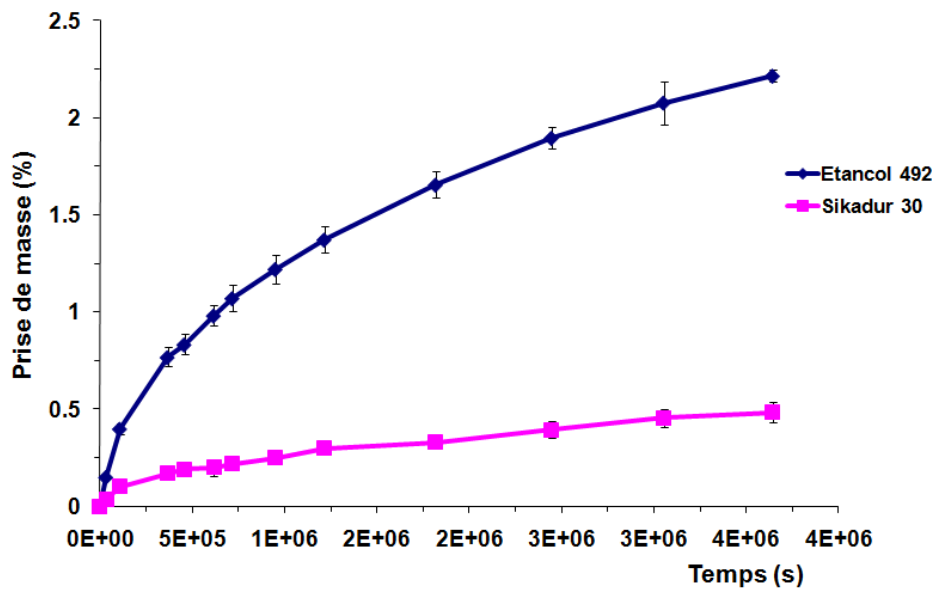


Figure IV-17 Prises de masse des échantillons Sikadur 30 et Etancol 492 au cours des 42 premiers jours de stockage dans la salle de vieillissement hygrothermique du DLA.

ii) Propriétés mécaniques

L'influence du vieillissement hygrothermique sur les propriétés mécaniques des deux systèmes peut être évaluée en réalisant des essais de traction sur éprouvettes haltères à différents stades du vieillissement. Les essais de traction sont réalisés au moyen de la presse ZWICK du Département Laboratoire d'Autun en respectant une vitesse de déplacement imposée de $1\text{mm}/\text{min}^{-1}$ (Figure IV-18). Pour rappel, seuls les essais de la caractérisation initiale à T_0 et les résultats issus de la première échéance de vieillissement ($T_1=T_0+42$ jours) réalisés sur les éprouvettes exposées uniquement aux conditions environnementales de la salle de vieillissement (et n'ayant pas été sollicitées en fluage), sont présentés ici.



Figure IV-18 Epreuve placée dans les mors de la machine ZWICK.

Le Tableau IV.1 regroupe les caractéristiques mécaniques déterminées par essais de traction aux échéances T0 et T1 (module d'Young et résistance en traction), ainsi que les teneurs en eau correspondantes (moyennes sur 3 éprouvettes – les pesées sont effectuées juste avant les essais de traction).

Tableau IV.1: Evolution des propriétés mécaniques en traction des deux systèmes d'adhésifs.

<i>Matériau</i>	<i>Etat</i>	<i>Teneur en eau (%)</i>	<i>Module d'Young (GPa)</i>	<i>Contrainte à la rupture (MPa)</i>
Sikadur 30	<i>Non vieilli</i>	0	12,68 ± 0,9	27,3 ± 3,8
	<i>vieilli</i>	0,51 ± 0,04	10,25 ± 0,8	17,1 ± 1,1
			Evolution (%) - 20 %	-37 %
Etancol 492	<i>Non vieilli</i>	0	4,09 ± 0,74	22,67 ± 1,5
	<i>vieilli</i>	2,28 ± 0,06	2,19 ± 0,41	15,1 ± 2,8
			Evolution (%) - 46 %	-33 %

Des exemples de courbes issues des essais de traction réalisés aux échéances T0 et T1 sur les deux adhésifs sont présentées sur la Figure IV-19.

L'analyse des résultats expérimentaux permet de constater que la plastification du réseau polymère consécutive au vieillissement accéléré des deux systèmes d'adhésifs conduit :

- à une diminution de la résistance en traction, voisine de 35% pour les deux systèmes,
- à une chute importante de la rigidité, de l'ordre de 20% pour le Sikadur 30, et de 46% pour l'Etancol 492.
- à un changement de comportement mécanique, qui passe de quasi-fragile à ductile dans le cas de l'Etancol 492.

Ces évolutions semblent en relation avec la quantité d'eau ayant diffusé dans les deux systèmes, soit 0,5% et 2,28% pour les adhésifs Sikadur 30 et Etancol 492, respectivement. Elles mettent en évidence un phénomène de plastification par l'eau plus intense pour le réseau époxy de l'Etancol 492.

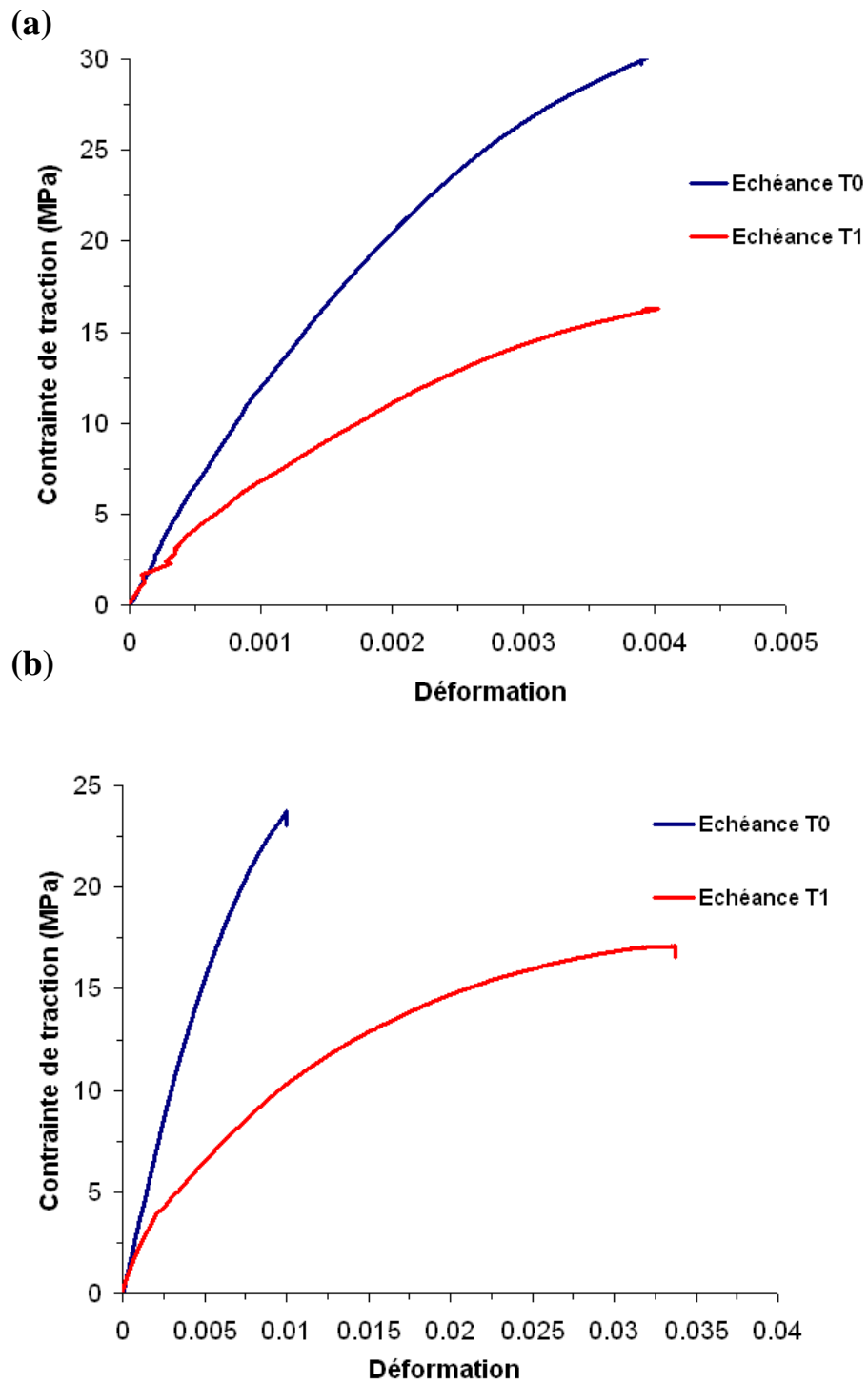


Figure IV-19 Diagrammes contrainte-déformation avant et après vieillissement (échéances T0 et T1=T0+42 jours), pour les adhésifs Sikadur 30 (a) et Etacol 492 (b).

IV.2.4 Evolution des caractéristiques mécaniques résiduelles des joints collés béton/composite

Comme déjà évoqué dans le Chapitre III, la géométrie d'un corps d'épreuve à double recouvrement permet à chaque échéance de vieillissement de fabriquer quatre échantillons à simple recouvrement destinés à subir des essais destructifs (essais de cisaillement de l'interface et essais de pastillage), en vue de caractériser la résistance résiduelle des joints collés béton/composite (Voir Figure III-10).

i) Evolution de la capacité en cisaillement des joints

Les essais ont été réalisés à l'aide de la machine de traction/cisaillement du Département Laboratoire d'Autun (Voir Figure III-31) selon le protocole évoqué au Chapitre III et précisément décrit dans [CHA 11].

Le principal paramètre mesuré lors de ces essais est l'effort maximal repris par le joint collé béton/composite (i.e., sa capacité ultime en cisaillement). Le Tableau IV.2 rapporte les valeurs des capacités en cisaillement, déterminées à T0 et après un mois de vieillissement (T1=T0+1 mois) sur les corps d'épreuve renforcés par les procédés *Sika®Carbodur®* et *Compodex®*. Les résultats révèlent une augmentation de la capacité en cisaillement des joints de l'ordre de 10% pour les deux systèmes de renfort testés après un mois de vieillissement.

Tableau IV.2: Evolution de la capacité en cisaillement des joints collés après un mois de vieillissement (Zones soumises au couplage fluage et vieillissement hygrothermique).

<i>Procédé de renforcement</i>	<i>Echéance</i>	<i>Capacité en cisaillement (kN)</i>
Sika®Carbodur®	T0	50,9 ± 1,6
	T1	56,2 ± 1,1
	Evolution :	10,4 %
Compodex®	T0	39,9 ± 3,0
	T1	44,8 ± 1,6
	Evolution :	12,2 %

ii) Evolution des modes de rupture lors des essais de cisaillement

Les évolutions de capacités mises en évidence ne peuvent être analysées qu'en y associant une réflexion sur les modes de rupture. Ces derniers peuvent être identifiés à partir des faciès des plans de rupture, tels que ceux présentés sur la Figure IV-20. Il est ainsi possible de distinguer plusieurs modes de rupture « principaux » et d'évaluer le pourcentage (surfaccique) que représente chacun de ces modes. Cette évaluation étant réalisée de manière visuelle, les pourcentages annoncés ne sont donc pas à considérer comme des valeurs exactes.

Sur les faciès observés, il est possible de relever deux modes principaux de rupture : la rupture cohésive dans le support béton et la rupture adhésive à l'interface colle/béton (voir Figure I-16). A titre d'illustration, la Figure IV-20 présente les modes de rupture typiquement observés sur les échantillons testés à T0 et à T1. Les photographies de l'ensemble des faciès de rupture sont regroupées en Annexe C.

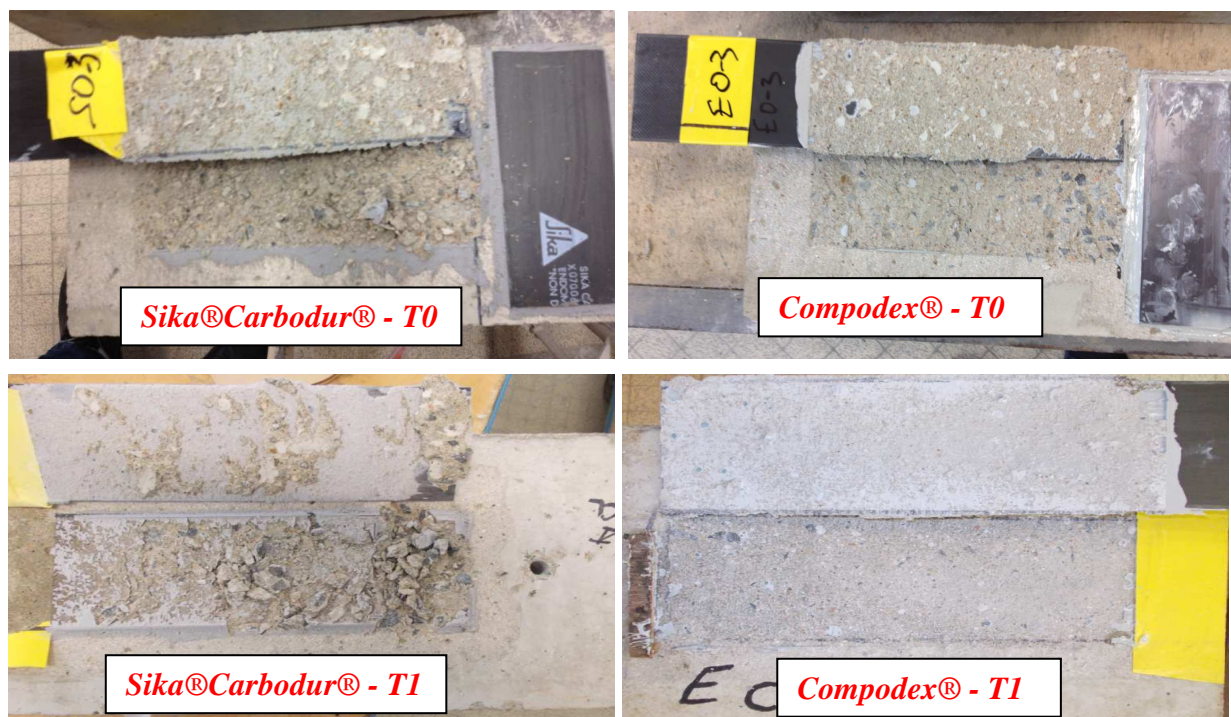


Figure IV-20 Evolution des modes de rupture des interfaces collées.

Les modes de ruptures obtenus à T0 sont cohésifs dans le béton pour les deux types de procédés de renforcement testés. A T1, on observe une évolution significative du mode de rupture vers un mode mixte dans le substrat et à l'interface:

- pour le procédé *Sika®Carbodur®*, la rupture survient ainsi à 80% à l'interface colle/béton et à 20% dans le support béton (valeurs moyennes sur trois échantillons).

- pour le procédé *Compodex*®, une tendance inverse est observée, avec une rupture intervenant à 80% dans le béton et à 20% à l'interface colle/béton. Cependant, l'épaisseur de la couche de béton restant attachée sur la lamelle composite est ici particulièrement fine. La rupture intervient donc majoritairement dans le béton, mais à proximité immédiate de la région interfaciale.

La Figure IV-21 propose une représentation de l'évolution du mode de rupture pour les deux types de procédés.

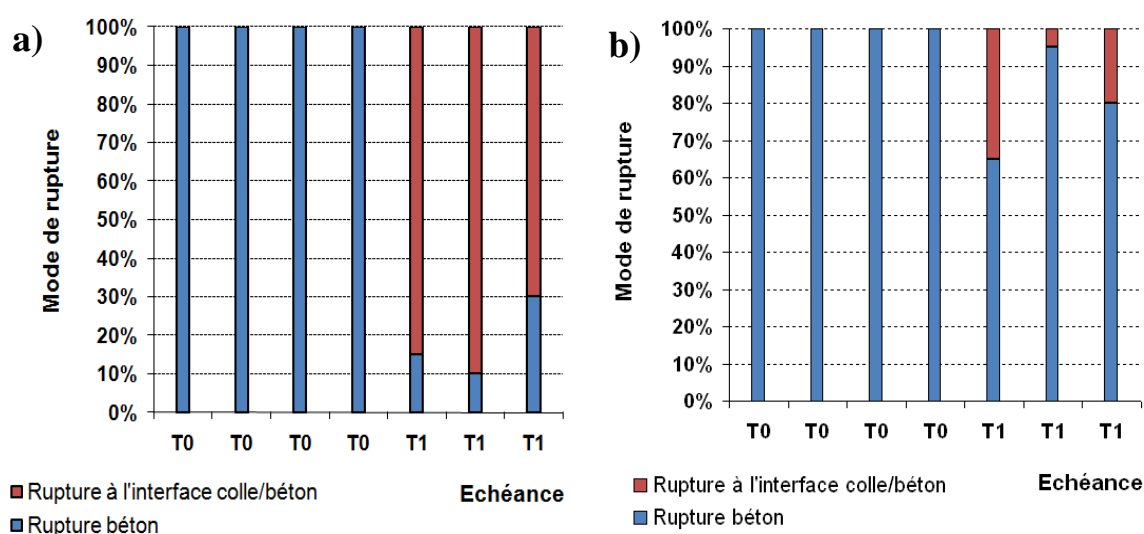


Figure IV-21 Evolution du mode de rupture des assemblages béton/composites, pour les procédés *Sika*®*Carbodur*® (a) et *Compodex*® (b).

iii) Fonctionnement du joint collé en cisaillement

Tous les échantillons à simple recouvrement testés à T0 ont été instrumentés de jauges de déformations afin de mesurer les déformations longitudinales sur la face supérieure du composite (4 échantillons par procédé). Pour toutes les échéances suivantes seuls deux des échantillons testés par procédé seront instrumentés.

Pour faciliter la lecture de ce chapitre, la Figure IV-22 reprend les positions de jauges telles qu'indiquées au Chapitre III (Figure III-23). On rappelle notamment que ces jauges ont été concentrées à proximité du bord sollicité mécaniquement du joint afin d'y capturer le phénomène de concentration des contraintes.

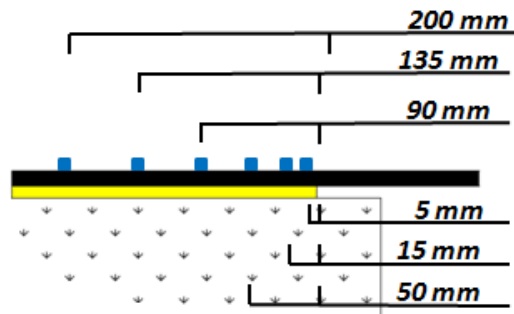


Figure IV-22 Instrumentation par jauge des corps d'épreuve à simple recouvrement.

La Figure IV-23 et la Figure IV-24 présentent les profils de déformation du composite le long du joint collé, à T0 et après un mois de vieillissement (T1), pour les corps d'épreuves renforcés par les procédés *Sika®Carbodur®* et *Compodex®*, respectivement. Chaque courbe correspond au profil de déformation obtenu pour un niveau de chargement mécanique donné au cours de l'essai de cisaillement.

Il est difficile de conclure à partir de ces résultats, mais on pourra noter que le comportement élastique est globalement peu affecté par le vieillissement et que la longueur d'ancrage reste de l'ordre de 50 à 100 mm pour les faibles niveaux de chargement.

Pour le procédé *Sika®Carbodur®*, il semble néanmoins que la longueur d'ancrage diminue légèrement lors de la phase élastique. Ceci se traduit notamment par de plus faibles valeurs des déformations enregistrées par la jauge située à 100 mm du bord du joint. Cependant, cette constatation, paraît étonnante si on se réfère à la diminution mesurée du module de l'adhésif Sikadur 30 après vieillissement (qui devrait conduire à l'allongement de la longueur d'ancrage).

Une explication possible à cette diminution apparente de la longueur d'ancrage entre T0 et T1 pour le procédé *Sika®Carbodur®*, réside dans la probable combinaison de deux mécanismes antagonistes affectant la couche adhésive :

- **la rigidification de la colle** au cœur du joint induite par le seul effet de la température (post-réticulation de l'adhésif à 40°C),
- **la diffusion d'eau** par les bords extérieurs du joint de colle en contact avec l'humidité de la salle, conduisant à une chute des propriétés mécaniques de l'adhésif dans ces zones par plastification du polymère.

On imagine en effet qu'à la première échéance de test (T1) l'eau n'a pas encore diffusée jusqu'au cœur du joint collé, mais que celui-ci bénéficie par contre d'une température suffisamment élevée permettant d'activer des réactions de post-réticulation du polymère (augmentation du degré de réticulation entre T0 et T1), ce qui conduit à l'amélioration des caractéristiques mécaniques de la colle au cœur du joint. Ainsi, tant que le premier mécanisme reste prédominant, le joint devient (légèrement) plus performant. Au cours du vieillissement, l'eau continuant à se diffuser dans le joint, on peut s'attendre à une dégradation des propriétés de l'adhésif (diminution du module élastique), et donc à une augmentation de la longueur d'ancrage du joint collé. Ce phénomène a déjà été mis en évidence par Argoul et al. [ARG 11] sur des assemblages à double recouvrement constitués de supports métalliques.

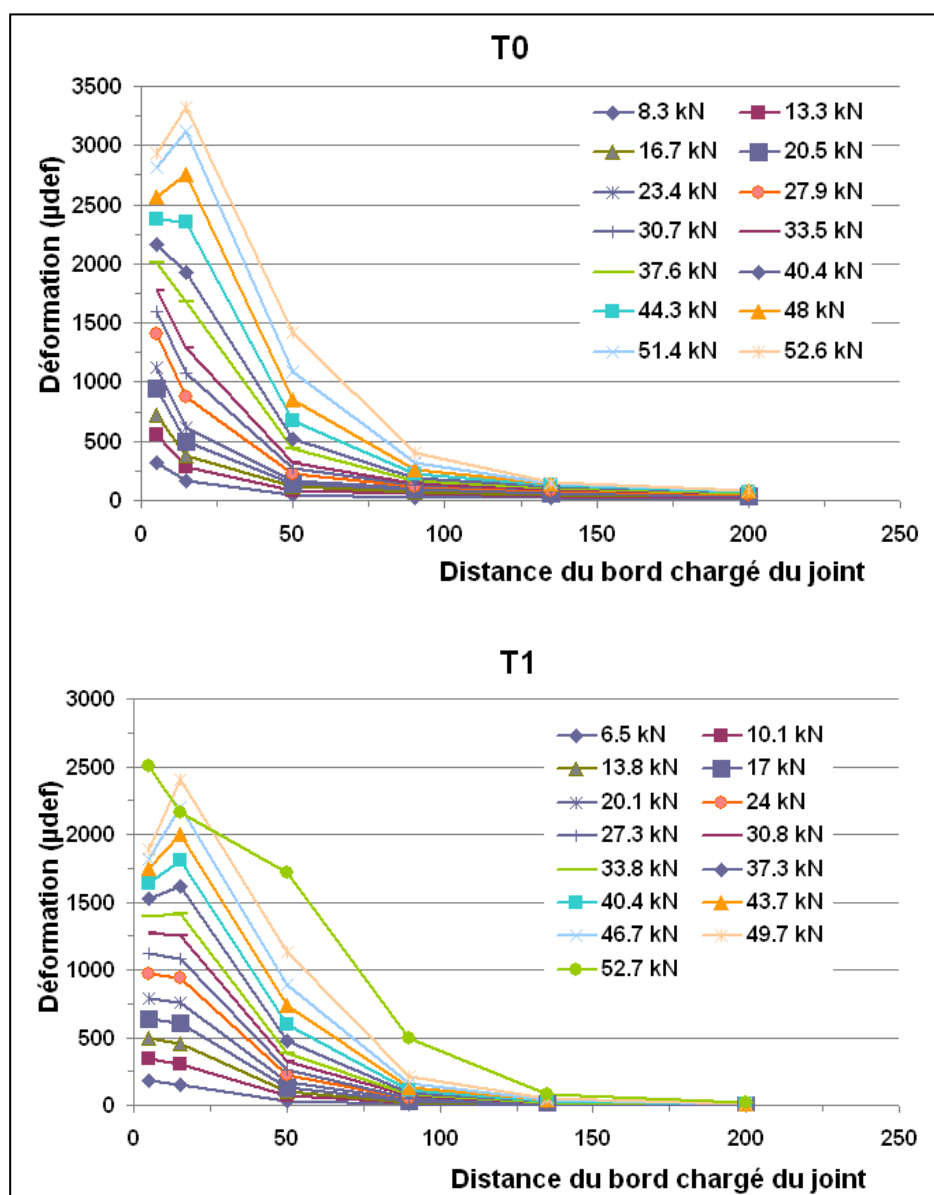


Figure IV-23 Evolution des profils de déformation longitudinale lors des essais menés à T0 et T1 (T0+1 mois), pour les corps d'épreuve renforcés avec le procédé *Sika®Carbodur®*.

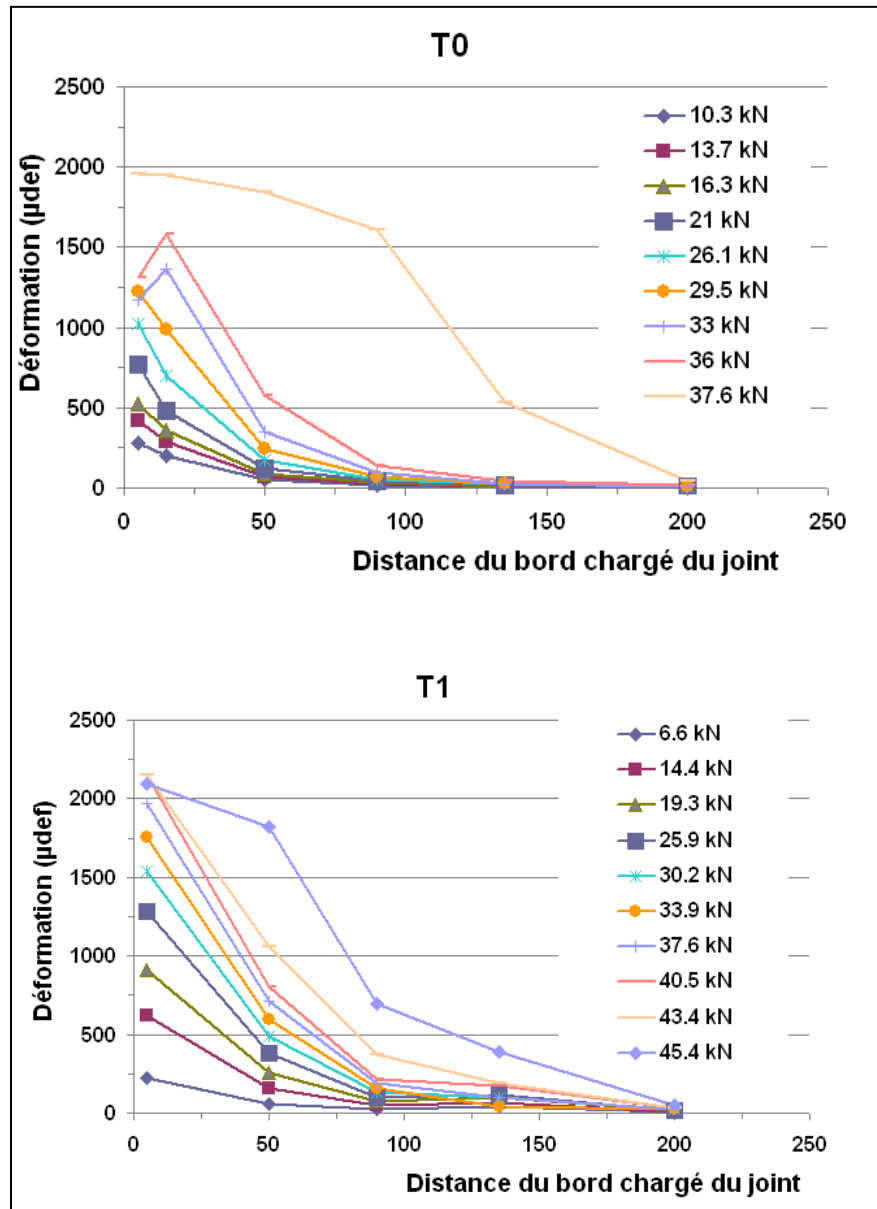


Figure IV-24 Evolution des profils de déformation longitudinale lors des essais menés à T0 et T1 (T0+1 mois), pour les corps d'épreuve renforcés avec le procédé *Compodex*®.

Lors des essais menés sur la machine de cisaillement, l'effort appliqué ainsi que le déplacement d'un marqueur positionné sur le composite (en partie non collée sur le béton) sont enregistrés en continu. Les courbes d'évolution de l'effort en fonction du déplacement, obtenues en testant les deux systèmes de renforcement aux échéances T0 et T1 sont présentées sur la Figure IV-25. Sur cette figure, les échantillons renforcés avec le procédé *Compodex*® et avec le procédé *Sika*®*Carbodur*® sont nommés respectivement Cij et Sij (où i et j représentent respectivement l'échéance et le numéro de l'échantillon testé à chaque échéance).

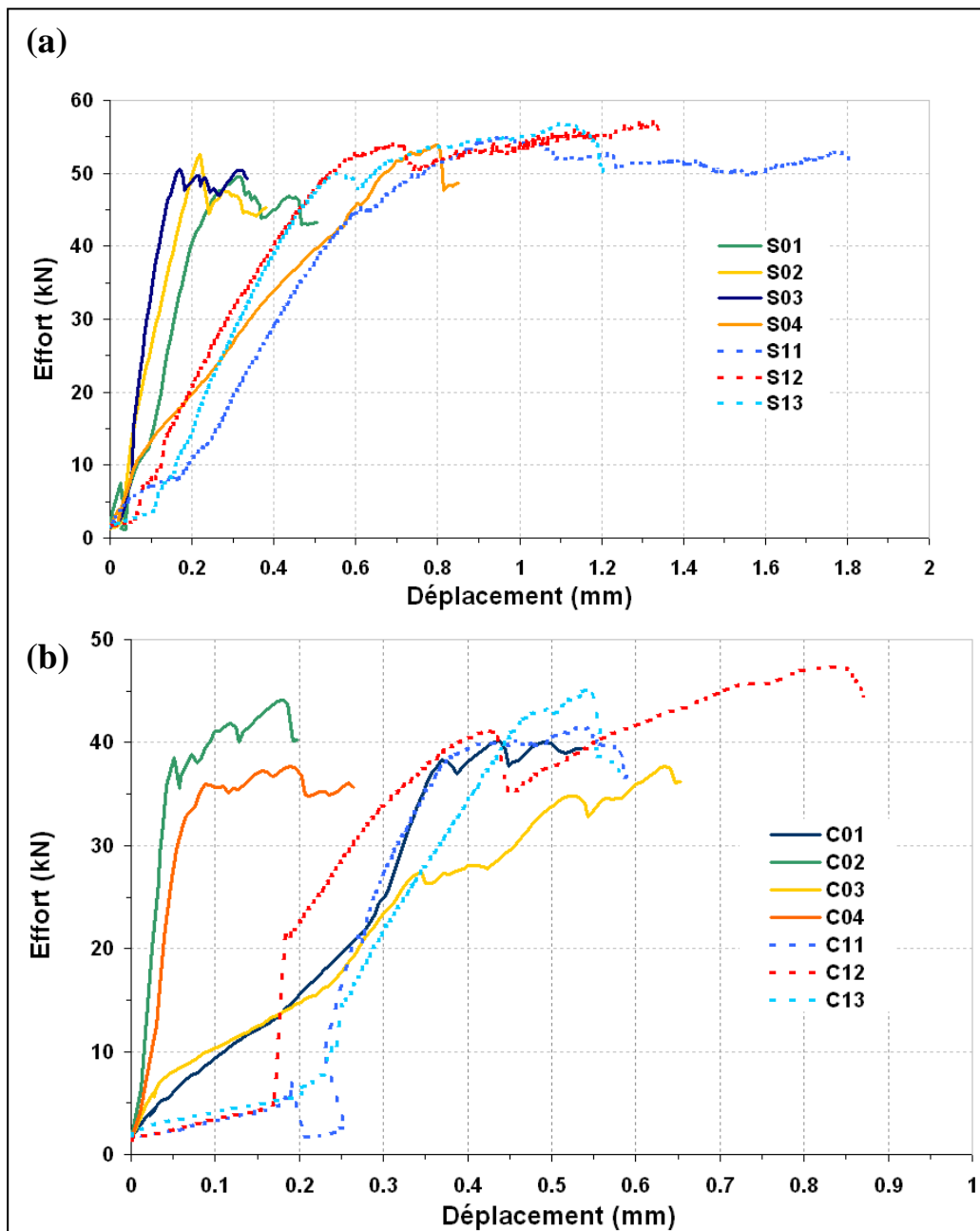


Figure IV-25 Courbes effort/déplacement pour les deux premières échéances d'essais (T0 et T1), dans le cas des procédés de renforcement *Sika®Carbodur®* (a) et *Compodex®* (b).

Il ressort de ces résultats que le comportement du joint a été modifié par le vieillissement. Le joint semble devenir globalement plus souple après vieillissement et pour un même effort les déplacements sont plus importants. L'effort à rupture est par contre peu modifié (il est en fait légèrement supérieur). Le comportement global est largement plus ductile.

Un tel résultat est en contradiction avec ce qui a été observé et discuté précédemment concernant les longueurs d'ancrage. L'augmentation des déplacements pourrait laisser penser

que l'adhésif, devenu plus souple après vieillissement (ceci est cohérent avec les résultats obtenus sur éprouvettes d'adhésifs vieillis) amène une longueur collée plus importante à travailler pour reprendre un même effort. Un tel changement de comportement du joint après vieillissement hygrothermique (mais sans sollicitation de fluage couplée) a déjà été observé par d'autres auteurs [BEN 11]. Cependant dans le cas présent, les profils de déformation présentés précédemment (Figure IV-23 et Figure IV-24) ne mettent pas en évidence d'augmentation de la longueur d'ancrage.

Ces tendances quelque peu contradictoires, issues des résultats obtenus aux échéances T0 et T1, pourront être analysées avec d'avantage de recul à la lumière des données expérimentales qui seront collectées lors des prochaines échéances.

iv) Essais de pastillage

Afin de compléter cette caractérisation des propriétés d'adhérence du composite sur le support béton, et d'évaluer les évolutions éventuelles liées au vieillissement, nous avons procédé à des essais de pastillage [AFN 99].

La préparation des échantillons consiste tout d'abord à carotter à travers le plat en composite jusqu'à pénétrer de 3 mm minimum dans le support béton (Figure IV-26). 24 heures après ce carottage, des pastilles métalliques nettoyées et dégraissées sont collées sur la surface du composite à l'intérieur du contour dessiné par le carottage. La colle utilisée pour coller la pastille doit avoir des propriétés mécaniques supérieures à celle de l'adhésif permettant le collage du renfort composite sur le béton. Après polymérisation de la colle utilisée pour mettre en place la pastille, l'essai de traction/arrachement peut avoir lieu. Le dynamomètre est mis en place au-dessus de la pastille et l'effort de traction est ensuite appliqué progressivement jusqu'à rupture (Figure IV-27).

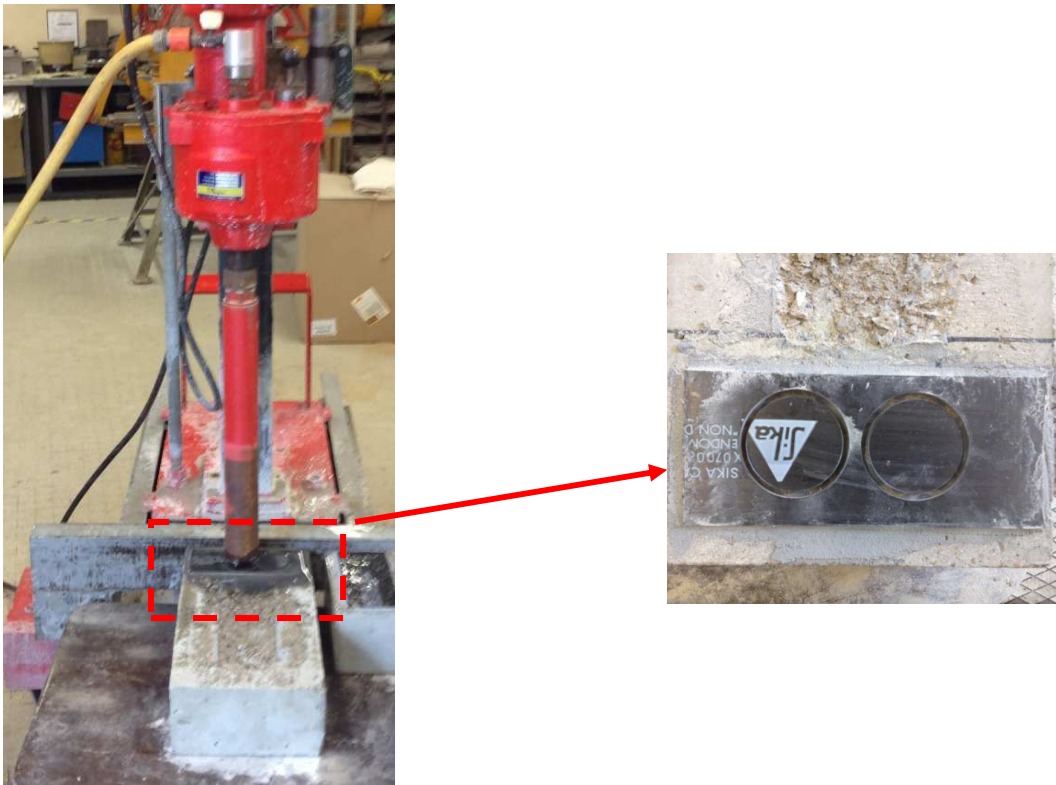


Figure IV-26 Carottage de l'assemblage collé à l'aide d'une carotteuse cylindrique.

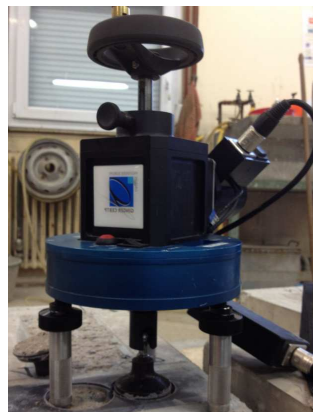


Figure IV-27 Réalisation de l'essai de traction/arrachement du renfort collé.

Le Tableau IV.3 présente les résultats des essais de pastillage (i.e. traction/arrachement) réalisés sur les échantillons de contrôle à T0 (8 essais par procédé) et sur les échantillons issus des corps d'épreuve à double recouvrement après un mois de vieillissement. Pour chaque procédé, 4 essais ont été réalisés dans la zone soumise uniquement au vieillissement hygrothermique et 2 essais dans la zone soumise au couplage fluage/vieillissement hygrothermique (Voir Figure III-10). La Figure IV-28 illustre l'évolution de la résistance à l'arrachement des deux procédés de renforcement après un mois de vieillissement.

Tableau IV.3: Valeurs des résistances à l'arrachement déterminées par essais de pastillage sur les deux procédés de renforcement.

<i>Procédé de renforcement</i>	<i>Echéance</i>	<i>Zones testées</i>	<i>Contrainte à la rupture MPa</i>
Sika®Carbodur®	<i>T0</i>	<i>Non sollicitée mécaniquement</i>	3,9 ± 0,7
	<i>T1</i>	<i>Non sollicitée mécaniquement</i>	2,5 ± 0,8
	<i>T1</i>	<i>Sollicitée mécaniquement</i>	2,95 ± 0,5
Compodex®	<i>T0</i>	<i>Non sollicitée mécaniquement</i>	3,7 ± 0,4
	<i>T1</i>	<i>Non sollicitée mécaniquement</i>	2,5 ± 0,2
	<i>T1</i>	<i>Sollicitée mécaniquement</i>	2,35 ± 0,3

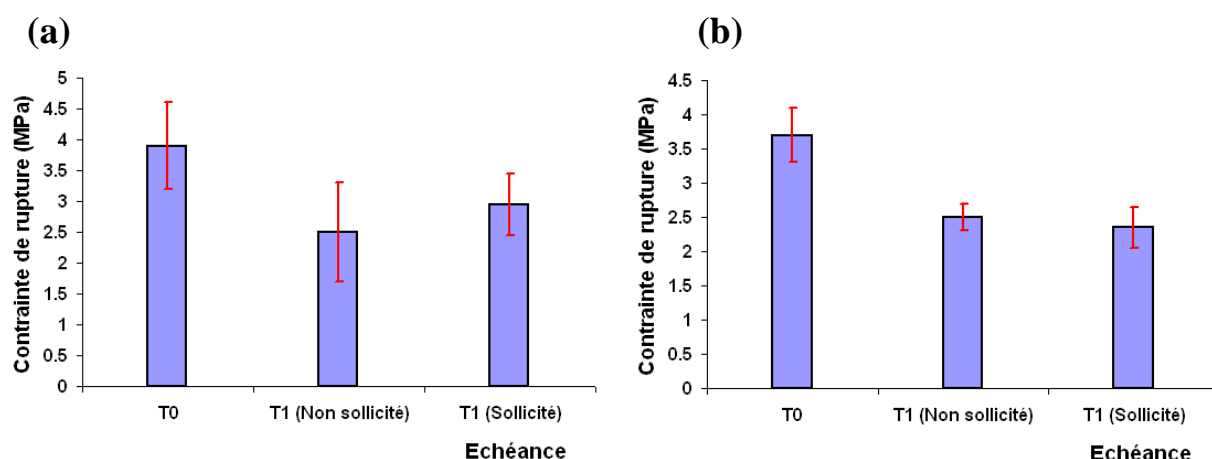


Figure IV-28 Evolution des résistances à l'arrachement déterminées par pastillage sur des assemblages réalisés avec les procédés *Sika®Carbodur®* (a) et *Compodex®* (b)

Les résultats présentés sur la Figure IV-28 indiquent une diminution de la résistance du joint collé après vieillissement. Il semble, mais nous ne disposons ici que d'une unique échéance de vieillissement, que la sollicitation de fluage n'aggrave pas cette diminution des performances.

L'analyse de l'évolution de la capacité de rupture par pastillage des joints doit être menée en relation avec l'observation des modes de rupture. De manière identique à ce qui a été fait pour les essais de traction/cisaillement, il est ainsi possible de distinguer plusieurs modes « principaux » de rupture et d'évaluer le pourcentage (surfaccique) que représente chacun de ces

modes. L'évaluation a été réalisée de manière visuelle, les pourcentages annoncés ne doivent donc pas être à considérées comme des mesures exactes.

La Figure IV-29 présente les modes de ruptures obtenus sur les échantillons testés à T0 et à T1.



Figure IV-29 Evolution des modes de rupture des interfaces collées dans le cadre des essais de pastillage à T0 et T1

L'examen des faciès de rupture permet de faire les remarques suivantes :

- à T0, les ruptures sont toutes cohésives dans le béton pour les deux procédés de renforcement testés,
- **concernant le procédé Compodex®** ; à T1 la rupture est survenue à 100% à l'interface colle/béton pour deux des essais réalisés dans la zone soumise uniquement au vieillissement hygrothermique, les deux autres essais réalisés dans la même zone ont aboutit à une rupture à 50% dans le béton et 50% à l'interface colle béton. Pour la zone soumise au couplage fluage/vieillessement hygrothermique, la rupture est survenue à 100% dans le béton pour les deux essais. Ces résultats semblent indiquer, comme pour les mesures de résistance de traction/cisaillement, que la sollicitation n'affaiblit pas le

joint, du moins sur cette courte période de sollicitation de 1 mois,

- concernant le procédé *Sika®Carbodur®* la rupture à T1 est une rupture à 100% cohésive dans le béton pour tous les essais.

Ces évolutions des modes de rupture lors des essais de pastillage sont présentées sur la Figure IV-30.

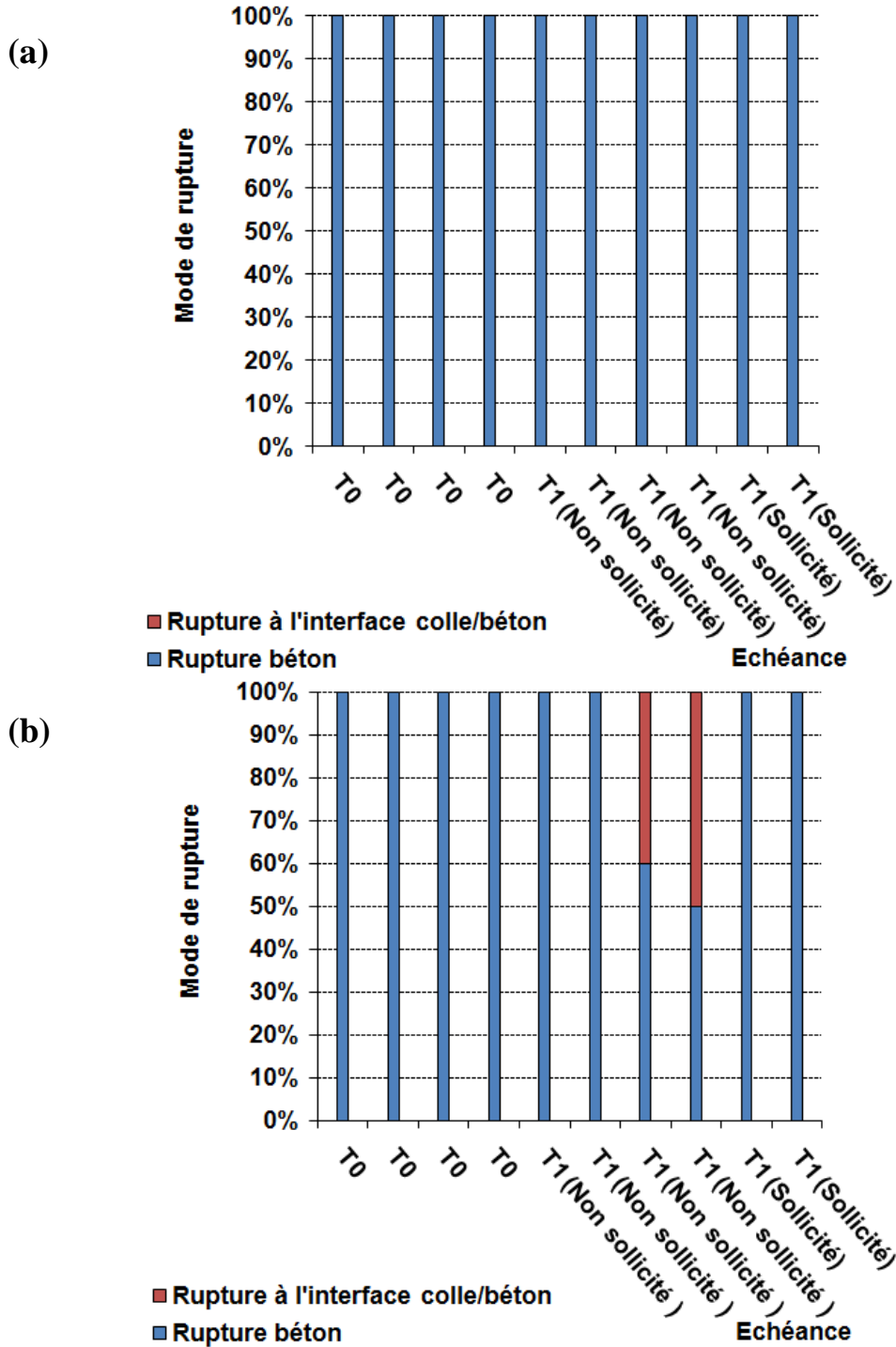


Figure IV-30 Evolution du mode de rupture des interfaces collées dans le cadre des essais de pastillage à T0 et T1, pour les procédés *Sika®Carbodur®* (a) et *Compodex®* (b)

IV.3. Conclusion du Chapitre IV

Ce chapitre présente le programme d'une importante campagne expérimentale visant à étudier l'évolution des propriétés mécaniques des joints collés béton/composite soumis à un vieillissement couplant sollicitation mécanique (fluage) et hygrothermique.

La première partie du chapitre est dédiée à une description précise des moyens expérimentaux ainsi que des corps d'épreuve. Ceux-ci sont constitués d'échantillons massiques de colle, destinés au suivi des caractéristiques mécaniques et physico-chimiques des adhésifs lors de leur vieillissement, ainsi que de dispositifs à double recouvrement traduisant le comportement global du joint.

La campagne expérimentale étudie plus particulièrement deux systèmes de renforcement par PRF disponibles sur le marché national (*Sika®Carbodur® et Compodex®*).

La seconde partie de ce chapitre livre les résultats des essais de caractérisation initiale (à T0) et quelques résultats de la première échéance de vieillissement (T1). Ces diverses mesures montrent, sur cette courte période de vieillissement que :

- les prises de masse des adhésifs (non soumis à sollicitation) varient d'un système à l'autre (inférieure à 0,5% pour l'adhésif Sikadur 30 et de l'ordre de 2% pour l'adhésif Etacol 492),
- le vieillissement hygrothermique conduit à la plastification du réseau polymère des deux systèmes d'adhésifs testés (surtout pour l'adhésif Etacol 492) et induit une diminution de la résistance en traction, une chute importante de la rigidité et une modification de la rhéologie (évoluant d'un comportement quasi-fragile à ductile),
- la capacité en cisaillement des joints béton/composites a peu évolué,
- les modes de rupture des joints (essentiellement lors des essais de cisaillement) ont été modifiés, et passent d'une rupture cohésive dans le béton à une rupture mixte,
- le comportement du joint a été modifié par le vieillissement, mais les mesures indiquent des phénomènes complexes qui restent à analyser à la vue d'essais complémentaires.

Les tendances révélées par ces premières mesures demandent à être confirmées lors des essais qui seront effectués aux prochaines échéances de vieillissement. Outre leur intérêt scientifique, ces premiers résultats démontrent la faisabilité des différents essais programmés dans la campagne expérimentale.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Le travail présenté dans ce manuscrit avait pour objectif principal de développer une méthodologie d'étude du comportement des interfaces collées béton/systèmes de renforcement composites soumises à une sollicitation de fluage, éventuellement couplée à un vieillissement environnemental.

Dans une première étape, l'étude bibliographique a rappelé le contexte du renforcement d'ouvrage par matériaux composites, ainsi que les problématiques de durabilité de ces réparations dans les conditions de service complexes auxquelles sont soumises les infrastructures de génie civil. En raison des effets de synergie possibles entre sollicitations mécaniques et environnementales, il apparaît pertinent de prendre en compte ce couplage lors des études de durabilité.

Cette revue bibliographique nous a ensuite permis d'identifier un montage expérimental de fluage des interfaces collées béton/composite, consistant à appliquer une charge constante sur un corps d'épreuve à double recouvrement. La mise en place d'un tel dispositif dans une chambre climatique nous a semblé constituer une solution pratique et fiable pour créer les conditions d'un vieillissement accéléré combinant sollicitations mécanique et environnementale.

Enfin, une revue des différents travaux de modélisation publiés dans la littérature a permis d'identifier des approches phénoménologiques, comme le Principe de Superposition Temps Température, et des modèles rhéologiques simples comme le modèle de Burgers, que nous avons choisi d'utiliser par la suite pour prédire le comportement en fluage à long terme des assemblages béton/composites.

Une seconde étape du travail a consisté à étudier le comportement en fluage de deux adhésifs à travers une approche à la fois expérimentale et théorique. Ces adhésifs sont issus de deux systèmes commercialisés pour le renforcement par composites collés de structures en béton armé.

Les premiers essais dédiés à la caractérisation physico-chimique et mécanique ont permis de dégager les spécificités des deux systèmes ainsi que le rôle joué par la phase dispersée (charges minérales) et par la matrice polymère sur le comportement global de l'adhésif. Le système Sikadur 30, se caractérise par un taux de charge minérale très élevé (de l'ordre de 80% en masse) et par un réseau époxy dont la T_g est relativement faible (52°C). L'Etacol 492 présente lui un taux de charge plus faible (de l'ordre de 60%), une T_g plus

élevée (59°C), et une moindre homogénéité du réseau liée à la formulation complexe du durcisseur. L'analyse viscoélastique des deux systèmes et de leurs matrices extraites a également démontré que les propriétés élastiques (module E') de l'adhésif sont gouvernées par les caractéristiques de la phase dispersée (nature et taux de charges), tandis que les propriétés dissipatives sont principalement gouvernées par les caractéristiques du réseau époxy (densité de réticulation), mais également par la phase dispersée lorsque le taux de charges est très élevé, comme pour l'adhésif Sikadur 30.

Une approche prédictive du comportement en fluage non linéaire de l'adhésif a ensuite été proposée, basée sur i) la réalisation de tests de fluage à court terme thermo-stimulé, ii) la construction de courbes maîtresses par application du principe de superposition temps-température (PSTT), et iii) le développement d'un modèle rhéologique dont les paramètres sont identifiés à partir des courbes maîtresses. Cette approche, a permis de formuler des lois de comportement en fluage des deux adhésifs, qui ont été utilisées par la suite pour modéliser le comportement en fluage des joints béton/composites.

Nous avons complété l'étude expérimentale par des essais visant à évaluer l'influence du vieillissement hygrothermique (immersion dans l'eau à des températures de 22°C, 33°C et 40°C) sur le comportement en fluage des deux adhésifs commerciaux. L'analyse des cinétiques de sorption des deux systèmes et les résultats des caractérisations de fluage de courte durée sur échantillons vieillis, ont essentiellement permis de corréler les évolutions de la réponse en fluage après vieillissement à la quantité d'eau ayant diffusé au sein du matériau et agissant comme plastifiant du réseau polymère.

Une autre partie importante de ce travail de thèse a concerné la conception et la validation d'un dispositif expérimental innovant destiné à la caractérisation en fluage des interfaces collées béton/PRF. Un élément important du cahier des charges était de limiter l'encombrement du dispositif, de sorte qu'il soit possible de l'installer dans une chambre climatique, de manière à combiner la sollicitation mécanique à un vieillissement hygrothermique pour étudier les effets de synergie. Ce dispositif reprend la configuration classique de joint à double recouvrement, mais utilise pour la première fois des vérins plats hydrauliques pour la mise en charge des corps d'épreuve. Dans ce contexte, un prototype de banc de fluage permettant de solliciter simultanément trois corps d'épreuve à double recouvrement a été conçu, réalisé et testé. Une instrumentation spécifique par jauges de déformation a permis de suivre l'évolution du profil de déformation le long du recouvrement lors des essais de fluage.

Les résultats expérimentaux acquis sur ce prototype ont d'abord permis de valider le fonctionnement instantané du dispositif imaginé. Le comportement mécanique des interfaces collées s'est révélé répétable, symétrique et conforme aux diverses modélisations élastiques réalisées à partir d'une approche aux éléments finis ou du modèle analytique de Völkersen.

Une modélisation du comportement en fluage des interfaces collées a finalement été proposée ; elle est basée sur une approche aux éléments finis intégrant les lois de comportement en fluage non linéaires de la couche adhésive précédemment identifiées. Le profil de répartition des déformations le long du recouvrement a ainsi pu être calculé pour une durée de fluage de un mois, et les résultats ont montré un bon accord avec l'expérience. Par rapport au profil de cisaillement instantané, les simulations du comportement en fluage révèlent une augmentation de la longueur d'ancrage et une diminution de la contrainte en bord de collage. La simulation du fluage non linéaire prédit en particulier une redistribution importante des contraintes le long du recouvrement, avec un décalage de la contrainte maximum qui s'éloigne du bord chargé.

La dernière partie des travaux présentés dans le manuscrit porte sur la réalisation d'un banc complet de fluage impliquant 14 corps d'épreuve à double recouvrement. Ces corps d'épreuve sont réalisés pour moitié avec le système de renforcement *Sika®Carbodur®S* et pour l'autre moitié avec le système *Compodex®*. Le banc de fluage a été installé dans la salle de vieillissement hygrothermique du Département Laboratoire d'Autun (40°C ; 95% H.R.). Tous les corps d'épreuves sont sollicités en fluage par un système de chargement alimenté par un circuit hydraulique similaire à celui utilisé pour le prototype, mais complété par une centrale hydraulique régulant la pression à partir de la mesure d'un capteur de pression. Pour compléter les caractérisations sur interfaces collées, des essais de vieillissement sont également menés sur des éprouvettes d'adhésifs massiques stockées dans la salle climatique, certaines d'entre elles étant simultanément soumises à une sollicitation de fluage. Cette campagne, ayant débuté récemment et devant se poursuivre sur plusieurs mois, seuls les premiers résultats ont été présentés et analysés dans ce document. Il apparaît que, malgré la courte période de stockage dans la salle climatique, le comportement du joint a été modifié par le vieillissement. On retiendra notamment que les prises de masse des adhésifs varient d'un système à l'autre et que le vieillissement hygrothermique conduit à la plastification du réseau polymère des adhésifs induisant une diminution de la résistance en traction, une chute importante de la rigidité et une modification de la rhéologie. Cependant, la capacité en cisaillement des joints béton/composites a peu évolué bien que les modes de rupture aient été modifiés. Ces évolutions

doivent néanmoins être confirmées par les prochains essais impliquant des durées de vieillissement plus importantes.

Les résultats expérimentaux à venir, basés sur :

- le suivi du déplacement relatif des blocs supports en béton, induit par le fluage couplé au vieillissement hygrothermique des joints collés,
- le suivi de l'évolution des résistances en traction (essais de pastillage) des joints vieillis en salle climatique, sollicités ou non,
- les essais de vieillissement hygrothermique des éprouvettes massives d'adhésif suspendues et des éprouvettes non suspendues (essais de traction à échéance visant à mesurer la résistance et le module élastique et à évaluer la ductilité),
- l'analyse des faciès de rupture de ces éprouvettes,
- le suivi de leur prise de masse,
- ainsi que les essais de caractérisation physico-chimiques des échantillons d'adhésifs prélevés de zones sollicitées ou non des joints collés stockés en salle de vieillissement (MEB, DSC, DMA)

contribueront à améliorer la compréhension des mécanismes de vieillissement des interfaces collées béton/composites et devront à terme aboutir à l'établissement de recommandations et à l'identification de facteurs de sécurité. *In fine*, les résultats de ce programme expérimental, nombreux et fiables, devraient mener à une meilleure maîtrise de la durabilité des systèmes de renforcement par composites collés exposés à des environnements complexes

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[ACI 08] **ACI COMMITTEE 440.2R-08**, “Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Concrete Structures”, American Concrete Institute, Farmington Hills, Michigan, USA, (2008).

[AFG 11] **Association Française de Génie Civil**, “Réparation et renforcement des structures en béton au moyen des matériaux composites – Recommandations provisoires, Documents scientifiques et techniques”, (2011).

[AFN 99] **NF EN 1542**, “Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton. - Méthodes d’essais. - Mesurage de l’adhérence par traction directe”, (1999).

[AIE 99] **AIELLO M.A., FRIGIONE M., ACIERNO D.**, “Polymeric adhesives for the restoration of concrete structures: environmental effects”, Proceedings of the 2nd International RILEM Symposium on Adhesion between Polymers and Concrete ISAP’99, Dresde (Allemagne), pp. 555-558, (1999).

[ARG 11] **ARGOUL P., BENZARTI K., FREDDI F., FREMOND M., NGUYEN T.H.T.**, “A damage model to predict the durability of bonded assemblies – Part II: Parameter identification and preliminary results for accelerated ageing tests”, Construction and Building Materials 25(2), pp.556-567, (2011).

[ARR 09] **ARRIBE D.**, “Conception d’un montage de sollicitation de l’interface adhésive entre matériaux composites et support béton, en vue de l’étude de la durabilité sous sollicitation couplée mécanique et hygrothermique”, Rapport de stage de recherche de troisième année d’étude à l’Ecole Polytechnique, sous la direction de M. Quiertant et K. Benzarti, (2009).

[ATO 99] **ATO FINLEY**, “Notice technique: Les résines époxydes EPONAL (sols industriels, étanchéité, réparations, collage)”, Editions Mars 1999.

[BAK 02] **BAKIS C.E., BANK L.C., BROWN V.L., COSENZA E., DAVALOS J.F., LESKO J.J.**, “Fiber reinforced polymer composites for construction – state-of-the-art review”, J. Compos. Construct. 6(2), pp. 73-87, (2002).

[BAR 98] **BARRERE-TRICAT C.**, “Relation entre les propriétés de la résine et le phénomène de perlage de tubes composites verre-époxy”, Thèse de doctorat de l’Université Paris VI, 206 pages, (1998).

[BEN 11] BENZARTI K., CHATAIGNER S., QUIERTANT M., MARTY C., AUBAGNAC C., “Accelerated ageing behavior of the adhesive bond between concrete specimens and CFRP overlays”, *Constr. Build. Mater.* 25(2), pp. 523-538, (2011).

[BENZ 11-b] BENZARTI K., FREDDI F., FREMOND M., “A damage model to predict the durability of bonded assemblies. Part I: Debonding behavior of FRP strengthened concrete structures”, *Construction and building materials*, vol. 25(2), pp. 547-555, (2011).

[BIS 98] BISTAC S., VALLAT M.F., SCHULTZ J., “Durability of steel/polymer adhesion in an aqueous environment”, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 18, pp. 365–369, (1998).

[BLO 02] BLONTROCK H., TAERWE L., VANWALLEGHEM H., “Bond testing of externally glued FRP laminates at elevated temperature”, *Proceeding of the international conference “bond in concrete- from research to standard”*, Budapest, Hungary, p.p. 648–654, (2002).

[BOC 04] BOCKENHEIMER C., FATA D., POSSART W., “New aspects of aging in epoxy networks. II. Hydrothermal aging”, *Journal of Applied Polymer Science* 91, pp. 369–377, (2004).

[BRE 05] BRETTON C. and VILLOUTREIX G., “Familles d’adhésifs et caractérisation d’un collage structural”, *Techniques de l’Ingénieur*, AM3560, (2005).

[BRI 82] BRINSON H.F., “Viscoelastic constitutive modelling of adhesives”, *composites* 13, pp.377-382, (1982).

[BRU 04] BRUNEAUX M.-A., “Durabilité des assemblages collés: Modélisation mécanique et physico-chimique”, *Thèse de Doctorat de l’ENPC et de l’Université de Rome II*, 247 pages, (2004).

[CHA 95] CHAJES M.J., THOMSON T.A., FARSCHMAN C.A., “Durability of concrete beams externally reinforced with composite fabrics”, *Construction and Building Materials* 9, pp. 141-148, (1995).

[CHA 09] CHATAIGNER S., CARON J. -F., BENZARTI K., QUIERTANT M., AUBAGNAC C., “Characterization of FRP-to-concrete bonded interface-Description of the single lap shear test”, *European Journal of Civil and Environmental Engineering* 13(9), pp. 1073-1082, (2009).

[CHA 10] CHATAIGNER S., AUBAGNAC C., QUIERTANT M., BENZARTI K., “Essai de cisaillement à simple recouvrement pour caractériser l’adhérence de renforts composites sur substrat béton”, Méthode d’essai n°72, 36 pages, Techniques et méthodes des LPC, LCPC, avril, (2010).

[CHA 11] CHATAIGNER S., CARON J. -F., BENZARTI K., QUIERTANT M., AUBAGNAC C., “Use of a single lap shear test to characterize composite-to-concrete or composite-to-steel bonded interfaces”, *Constr. Build. Mater.* 25(2), pp. 468-478, (2011).

[CHE 01] CHEN J.F., TENG J.G., “Anchorage strength models for FRP and steel plates bonded to concrete”, *Journal of Structural Engineering – ASCE* 127(7), pp. 784-791, (2001).

[CHI 10] CHIN J., FORSTER A., OCEL J., HARTMANN J., FUCHS P., HUNSTON D., “Thermoviscoelastic analysis and creep testing of ambient temperature cure epoxies used in adhesive anchor applications”, *Journal of Materials in Civil Engineering* 22, pp.1039–1046, (2010).

[CHO 07] CHOI K.K., MESHGIN P., REDA TAHA M.M., “Shear creep of epoxy at the concrete-FRP interface”, *Composites Part B* 38, pp.772–780, (2007).

[CHO 10] CHOI K.K., REDA TAHA M.M., MASIA M.J., SHRIVE N.G., “Numerical investigation of creep effects on FRP-strengthened RC beams”, *J Compos Constr* 14, pp.812-822, (2010).

[COT 09] COTTONE A., GIAMBANCO G. “Minimum bond length and size effects in FRP-substrate bonded joints”, *Engineering Fracture Mechanics* 76(13), pp. 1957-1976, (2009).

[COU 92] COUV RAT P., “Le collage structural moderne, Lavoisier”, (1992).

[CRO 11] CROMWELL J.R., HARRIES K.A. and SHAHROOZ B.M., “Environmental durability of externally bonded FRP materials intended for repair of concrete structures”, *Construction and Building Materials* 25(5), pp. 2528-2539, (2011).

[CST 11-a] CSTB, “**Avis Technique -3/10-644** : Renforcement des structures - COMPODEX”, (2011).

[CST 11-b] CSTB, “**Avis Technique -3/10-669** : Eléments de structure en béton armé et précontraint, renforcés par un procédé de collage de fibres de Carbone - Sika CarboDur® ; SikaWrap®”, (2011).

- [DAI 10] DAI J.G., YOKOTA H., IWANAMI M., KATO E.**, “Experimental investigation of the influence of moisture on the bond behavior of FRP to concrete interfaces”, *J. Composite Constr.* 14(6), pp. 834-844, (2010).
- [DAS 09] DASSAPPA P., LEE-SULLIVAN P., XIAO X.**, “Temperature effects on creep behavior of continuous fiber GMT composites”, *Composites Part A.* 40, pp. 1071-1081, (2009).
- [DEA 07] DEAN G.**, “Modeling non-linear creep behavior of an epoxy adhesive”, *International journal of adhesion and adhesives* 27, pp. 636–646, (2007).
- [DEB 44] DE BRUYNE N.A.**, “The strength of glued joints”, *Aircraft Engineering*, pp. 115-118, (1944).
- [DEM 55] DEMARKLES L.R.**, “Investigation on the use of rubber analogue in the study of the stress distribution in riveted and cemented joint”, *NASA* , TN N° 3413, (1955).
- [DIA 07] DIAB H., WU Z.**, “Nonlinear constitutive model for time-dependent behavior of FRP-concrete interface”, *Compos Sci Technol* 67, pp.2323–2333, (2007).
- [DIA 08] DIAB H., WU Z.**, “A linear viscoelastic model for interfacial-long-term behavior of frp-concrete interface”, *Composites Part B* 39(4), pp.722-730, (2008).
- [DIA 09] DIAB H., WU Z., IWASHITA K.**, “Short and long term bond performance of prestressed FRP sheet anchorages.”, *Eng Struct* 31, pp.1241–1249, (2009).
- [DOL 98] DOLAN B. E., HAMILTON H. R., DOLAN C. W.**, “Strengthening with bonded FRP Laminate”, *Concrete International* 20(6), pp. 51-55, (1998).
- [FDS SPPM] SPPM**, “Etanco 492 – Fiche de sécurité”, (2011).
- [FEN 05] FEN C.-W., KEONGB C.-W., HSUEH Y.-P., WANG Y.-Y., SUE H.-J.**, “Modeling of long-term creep behavior of structural epoxy adhesives”, *International Journal of Adhesion & Adhesives* 25, pp. 427-436, (2005).
- [FER 01] FERRIER E., LAGARDE G., HAMELIN P.**, “Concrete beams reinforced by fibre-reinforced plastics: the effect of temperature on the adhesive layer”, *Composites Science and Technology* 61, pp. 425-431, (2001).
- [FER 10] FERRIER E, QUIERTANT M., BENZARTI K., HAMELIN P.**, “Influence of the properties of externally bonded CFRP on the shear behavior of concrete/composite adhesive joints”, *Composites Part B* 41, pp. 354-362, (2010).

- [FER 11] FERRIER E., MICHEL L., JURKIEWIEZ B., HAMELIN P.**, “Creep behaviour of adhesives used for FRP external strengthening of RC structures”, *Constr. Build. Mater.* 25(2), pp. 461-467, (2011).
- [FRI 06] FRIGIONE M., AIELLO M.A., NADDEO C.**, “Water effects on the bond strength of concrete/concrete adhesive joints”, *Construction and Building Materials* 20, pp. 957-970, (2006).
- [GAM 10] GAMAGE K., AL-MAHAIDI R., WONG B.**, “FE modelling of CFRP-concrete interface subjected to cyclic temperature, humidity and mechanical stress”, *Composites Structures* 92(4), pp. 826-834, (2010).
- [GAY 97] GAY D.**, “Matériaux composites, 4^e édition revue et augmentée”, Chapitre3, Hermès-Paris, (1997).
- [GCI714] UNIVERSITE DE SHERBROOKE**, “Durabilité et réparations du béton, Chapitre 2”, Cours département génie civil, <http://www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci714/>.
- [GOL 44] GOLAND M., REISSNER E.**, “The stress in cemented joints”, *Journal of Applied Mechanics* 11, pp.17-27, (1944).
- [HAM 02] HAMELIN P.**, “Renforcement des ouvrages d’art par matériaux composites”, *Techniques de l’ingénieur- traité plastiques et composites*, (2002).
- [HOL 08] HOLLWAY L.C., TENG J.G.**, “Strengthening and rehabilitation of civil infrastructures using fibre-reinforced polymer (FRP) composites”, Woodhead Publishing, (2008).
- [HOL 10] HOLLWAY L.C.**, “A review of the present and future utilisation of FRP composites in the civil infrastructure with reference to their important in-service properties”, *Construction and Building Materials* 24, pp.2419-2445, (2010).
- [ISI 06] BISBY L.A. et al.**, “Educational Module 4 : An Introduction to FRP Strengthening of Concrete Structures”, ISIS Canada, (2006).
- [ISI 06b] BANTHIA N. et al.**, “Educational Module 8 : Durability of FRP Composites for construction”, ISIS Canada, (2006).
- [KAR 98] KARBHARI V.M., ZAO L.**, “Issues related to composite plating and environmental exposure effects on composite-concrete interface in external strengthening”, *Composite Structures* 40, pp. 293-304, (1998).

- [KAR 01] KARBHARI, V. M.**, “Materials considerations in FRP rehabilitation of concrete structures”, *J. Mater. Civil Eng.* 13(2), pp. 90-97, (2001).
- [KAR 03] KARBHARI V.M., CHIN J.W., HUNSTON D., BENMOKRANE B., JUSKA T., MORGAN R. et al.**, “Durability gap analysis for fiber-reinforced polymer composites in civil infrastructure”, *Journal of Composites for Construction* 7, pp.238-24745, (2003).
- [KAR 09] KARBHARI V.M., GHOSH K.**, “Comparative durability evaluation of ambient temperature cured externally bonded CFRP and GFRP composite systems for repair of bridges”, *Composites Part A* 40(9), pp. 1353-1363, (2009).
- [KIN 79] KINLOCH A.J.**, “Interfacial fracture mechanical aspects of adhesion bonded-joints-a review”, *Journal of Adhesion* 10, (1979).
- [KLA 05] KLAMERT E.L., HORDIJK D.A., JANSSEN J.M.**, “The influence of temperature on the debonding of externally bonded CFRP”, *Special issue of ACI* 2005, 230:1551–70, (2005).
- [LEA 43] LEADERMAN H.**, “Elastic and creep properties of filamentous materials and other high polymers”, Washington, DC: Textile Foundation, (1943).
- [LEO 09] LEONE M., MATTHYS S., AIELLO M.A.**, “Effect of elevated temperature on bond between FRP EBR systems and concrete”, *Composites: Part B* 40, pp. 85-93, (2009).
- [LUN 78] LUNAK S., VLADYKA J., DUSEK K.**, “Effect of diffusion control in the glass transition region on critical conversion at the gel point during curing of epoxy resins”, *Polymer* 19, pp.931-933, (1978).
- [MAJ 09] MAJDA P., SKRODZEWICZ J.**, “A modified creep model of epoxy adhesive at ambient temperature”, *International Journal of Adhesion Adhesives* 29, pp. 396-404, (2009).
- [MAT 05] MATANA M., NANNI A., DHARANI L., SILVA P., TUNIS G.**, “Bond performance of steel reinforced polymer and steel reinforced grout”, In *Proceedings of the International Symposium on Bond Behaviour of FRP in Structures, BBFS 2005, Hong Kong*, pp. 125-132, (2005).
- [MAY 92] MAYS G.; HUTCHINSON A.R.**, “Adhesives in Civil Engineering”, Cambridge University Press, (1992).
- [MAZ 11] MAZZOTI C., SAVOIA M.**, “The effect of long-term loading on the CFRP-Concrete bonding strength”, *Proceedings of the fourth international conference CDCC*, In: Québec, Canada, pp. 119-127, (2011).

[MEA 11] MEAUD C.; JURKIEWIEZ B.; FERRIER E., “Investigation of creep effects in strengthened RC structures through double lap shear testing”, *Composites Part B* 42(3), pp. 359-366, (2011).

[MEH 86] MEHTA P. K., “Concrete: structure, properties and Materials”, Prentice-Hall Inc., Englewood NJ, P. 450, (1986).

[MES 09] MESHGIN P., CHOI K.K., “Experimental and analytical investigations of creep of epoxy adhesive at the concrete-FRP interfaces”, *Int J. Adhesion Adhesives* 29(1), pp. 56-66, (2009).

[MIR 90] MIRMAN B.A., KNECHT S., “Creep strains in an elongated bond layer”, *IEEE T COMPON HYBR* 13, pp.914–928, (1990).

[MUK 98] MUKHOPADHYAYA P., SWAMY R.N., LYNSDALE C.J., “Influence of aggressive exposure conditions on the behaviour of adhesive bonded concrete-GFRP joints”, *Construction and Building Materials* 12, pp. 427-446, (1998).

[NGU 09] NGUYEN T. Q., “Conception d’un montage de sollicitation de l’interface adhésive entre matériaux composites et support béton, en vue de l’étude de la durabilité sous sollicitation couplée mécanique et hygrothermique”, Rapport de Master2 Mention « Mécanique et Génie Civil » de l’Université de Marne la Vallée (en collaboration avec l’École nationale de Ponts et Chaussées). Soutenue le 29 Juin 2009, sous la direction de Marc Quiertant et Karim Benzarti.

[POP 05] POPINEAU S., “Durabilité en milieu humide d’assemblages structuraux collés type aluminium/composite”, Thèse de Doctorat de l’Ecole des Mines de Paris, (2005).

[QUI 11] QUIERTANT M., “Matériaux organiques spécifiques pour la construction”, Yves Mouton (Ed.), Chapitre 23, pp. 503–525, ISTE, Londres (2011).

[SER 07] SERDAR C. U., BINICI B., “Strength of carbon fiber reinforced polymers bonded to concrete and masonry”, *Constr. Build. Mater.* 21(7), pp. 1431-1446, (2007).

[SHE 10] SHENG X., AKINC M., KESSLER M.R., “Creep behavior of bisphenol E cyanate ester/alumina nanocomposites”, *Materials Science and Engineering A.* 527, pp. 5892-5899, (2010).

[SIE 02] SIERRA-RUIZ, V., DESTREBECQ J.F., GREDIAC M., “The transfer length in concrete structures repaired with composite materials: a survey of some analytical models and simplified approaches”, *Composite Structures* 55(4), pp. 445-454, (2002).

[SIK - 30] Sikadur® 30, “Adhésive structural pour le collage de renforts –Fiche technique”, Version No. 2011-026, <http://frcon.webdms.sika.com/files/show.do?documentID=547>, (2011).

[Sika®Carbodur® S] Sika®Carbodur® S, “Lamelles pultrudées à base de fibres de carbone pour le renforcement de structures – Fiche technique”, Version No. 2011-387, http://fra.sika.com/dms/getdocument.get/aa3e5909-b161-370f-b261-8201b7807841/fr_carbodur_s_nt914.pdf, (2011).

[SIL 08] SILVA M.A.G, BISCAIA H., “Degradation of bond between FRP and RC beams”, *J. Composite Struct.* 85(2), pp. 164-174, (2008).

[TAD 00] TADEU A.J.B., BRANCO F.J.F.F., “Shear tests of steel plates epoxy bonded to concrete under temperature”, *Journal of Materials in Civil Engineering* 12(1), pp.74–80, (2000).

[TAL 97] TALJSTEN, B, “Defining anchor lengths of steel and CFRP plates bonded to concrete”, *Int. J. Adhesion and Adhesives* 17(4), pp. 319–327, (1997).

[THE 97] THEILLOUT J.N., “Le projet de renforcement ou de réparation des ponts en béton. In CALGARO (J.-A.), LACROIX (R.) et al. *Maintenance et réparations des ponts*”, Paris : Presse de l'école nationale des ponts et chaussées, pp. 425-459, (1997).

[TOB 45] TOBOLSKY A.V., ANDREWS R.D., “Systems manifesting superposed elastic and viscous behavior”, *Journal of Chemical Physics* 13, pp. 3-27, (1945).

[TSA 98] TSAI, M. Y., OPLINGER, D. W., and MORTON, J., “Improved theoretical solutions for adhesive lap joints.”, *International Journal of Solids and Structures* 35(13), pp. 1163–1185, (1998).

[VAI 03] VAIDYANATHAN T.K., VAIDYANATHAN J., CHERIAN Z., “Extended creep behavior of dental composites using time-temperature superposition principle”, *Dental Materials* 19, pp. 46-53, (2003).

[VOL 38] VOLKERSEN O., “Die nietkraftverteilung in zugbeanspruchten mit konstanten laschenquerschnitten”, *Luftfahrtforschung* 15, pp. 41-47, (1938).

[WIL 55] WILLIAMS M.L., LANDEL R.F., FERRY J.D., “Time-Temperature Superposition”, *Journal of the American Chemical Society* 77, pp. 3701-3705, (1955).

[XIA 04] XIAO J., LI J., ZHA Q., “Experimental study on bond behavior between FRP and concrete”, *Journal of Construction and Building Materials* 18, pp. 745–752, (2004).

[YAN 06] YANG J.L., ZHANG Z., SCHLARB A.K., FRIEDRICH K., “On the characterization of tensile creep resistance of polyamide 66 nanocomposites. Part II: Modeling and prediction of long-term performance”, *Polymer* 47, pp. 6745-6758, (2006).

[YAO 05] YAO J., TENG J.G., CHEN J.F., “Experimental study on FRP-to-concrete bonded joints”, *Composites: Part B* 36, pp. 99-113, (2005).

[YUA 05] YUAN H., “Improved theoretical solutions of FRP-to-concrete interfaces”, In *Proceedings of the International Symposium on Bond Behaviour of FRP in Structures*, BBFS 2005, Hong Kong, pp. 97-102, (2005).

[ZAN 95] ZANNI-DEFFARGES M.P., SHANAHAN M.E.R., “Diffusion of water into an epoxy adhesive: comparison between bulk behaviour and adhesive joints”, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 15, pp. 137–142, (1995).

[ZHA 11] ZHANG C., WANG J., “Viscoelastic analysis of FRP strengthened reinforced concrete beams”, *Composite Structures* 93, pp. 3200-3208, (2011).

Annexe A

Propriétés mécaniques des plats en fibre de carbone (Sika®Carbodur® S), d'après [Sika®Carbodur® S]

Description	Lamelles PRFC unidirectionnelles (0°) fabriquées selon le procédé de pultrusion	
Épaisseur/Largeur	1,2 mm / 80 mm	
Fraction volumique de fibres	68 %	
Propriétés mécaniques en traction dans le sens longitudinal des fibres (EN 2561)	Module d'élasticité	165 GPa
	Résistance en traction	3 100 MPa
	Elongation à rupture	> 1,7 %

Propriétés mécaniques minimales des plats en fibre de carbone (Compodex® C12), d'après [CST 11-a]

Description	Lamelles PRFC unidirectionnelles (0°) fabriquées selon le procédé de pultrusion	
Épaisseur/Largeur	1,4 mm / 80 mm	
Fraction volumique de fibres	70 %	
Propriétés mécaniques en traction dans le sens longitudinal des fibres (EN 2561)	Module d'élasticité	163 GPa
	Résistance minimale en traction	2 800 MPa
	Elongation à rupture	1,6 %

ANNEXE B

Le tableau suivant récapitule l'ensemble des résultats obtenus pour les différentes gâchées de béton (résistance en traction et résistance en compression). Pour chaque gâchée, deux cylindres ont été testés en compression jusqu'à rupture afin de déterminer la résistance en compression du béton et deux autres cylindres ont subi l'essai de traction par fendage afin de déterminer la résistance en traction. Ces essais ont été réalisés à T0, avant tout vieillissement.

Caractéristiques mécaniques des cylindres de béton à T0

<i>Numéro de gâchée</i>	<i>G1</i>	<i>G2</i>	<i>G3</i>	<i>G4</i>	<i>G5</i>	<i>G6</i>	<i>G7</i>	<i>G8</i>
Résistance en compression (MPa)	65,5	62,5	63,3	63,5	65,9	64,8	55,8	63,5
Ecart type	3,6	1,9	2,4	2,2	2,3	5,5	4,7	5,6
Résistance en traction (MPa)	5,2	5,1	5,0	5	4,5	5,0	4,9	4,5
Ecart type	0,5	0,5	0,0	0,2	0,1	0,5	0,0	0,5

ANNEXE C

Photographies des modes de rupture des interfaces béton/composites après essais de cisaillement aux échéances T0 et T1

Echantillons *Compodex*® - T0



Echantillons *Sika*®*Carbodur*® - T0



Echantillons *Compodex*® - T1



Echantillons *Sika*®*Carbodur*® - T1

