

Thèse doctorat

pour l'obtention du titre de

DOCTEUR EN MECANIQUE

délivré par

l'Université de Cergy-Pontoise

et l'Université de Tunis el Manar

Ecole Doctorale Science et Ingénierie

Ecole Doctorale Science et Technique de l'Ingénieur

Traitement de surface et caractérisation de l'adhérence dans les assemblages métal- biocomposite

présentée et soutenue publiquement par

Amal BECHIKH

le 02 juillet 2020

Jury

M. Imad TAWFIQ, Professeur des universités

M. Yamen MAALEJ, Maître de conférences HDR

Mme. Olga KLINKOVA, Maître de conférences

M. Nasri RACHID, Professeur des universités

M. Mohamed HABOUSSI, Professeur

M. Bassem ZOUARI, Professeur

M. Philippe VIDAL, Professeur

M. Georges ZAMBELIS, Ingénieur de recherche

Co-directeur de thèse, Supméca, Saint Ouen

Co-directeur de thèse, ENIT, Tunis

Co-encadrant, Supméca, Saint Ouen

Co-encadrant, ENIT, Tunis

Rapporteur, Université Sorbonne Paris Nord

Rapporteur, ENIS, Sfax

Examineur, Université Paris 10

Examineur, Airbus Helicopters

Sommaire

Liste des Tableaux.....	5
Liste des Figures.....	7
Remerciement.....	9
Résumé	10
Abstract	11
Introduction générale.....	12
Chapitre 1 - Bibliographie.....	14
I. Matériaux composites	14
1. Effet de l'humidité sur les polymères renforcés par des fibres (PRFs)	15
2. Comportement des FRPs sous des températures élevées.....	16
3. Traitement de surface des FRPs avant le collage	17
II. Composite en fibre de lin	18
1. Fibre de lin	19
1.1. Structure des fibres de lin.....	19
1.2. Composition chimique des fibres de lin.....	20
2. Matrices pour les fibres de lin	21
3. Caractéristiques mécaniques des composites en fibres de lin.....	22
4. Comportement hydro-thermique des composites en fibre de lin	22
5. Hybridation des composites en fibre de lin	23
III. Assemblage par collage	24
1. Théorie d'adhésion	24
2. Théorie de l'énergie libre de surface	25
2.1. Énergie libre de surface	25
2.2. Angle de contact.....	26
2.3. Modèle d'Owens-Wendt à deux composantes.....	26
3. Mise en œuvre du collage des métaux.....	28
3.1. Dégraissage.....	28
3.2. Traitement mécanique	28
3.3. Traitement chimique	29
4. Traitement mécanique par sablage.....	29
4.1. Effet du traitement de sablage.....	29
4.2. Effet des paramètres de sablage sur l'aspect physique et chimique de la surface.....	30

4.3. Traitement de sablage suivi d'un primaire de surface.....	31
5. Adhésifs les plus utilisés	32
6. Caractérisation mécanique des assemblages.....	33
6.1. Etude de fissuration.....	34
6.1.1. Test en mode I.....	34
6.1.2. Test en mode II et modes mixtes [63, 64, 66].....	35
6.2. Etude du comportement mécanique jusqu'à rupture	36
IV. Conclusion.....	38
Chapitre 2 - Caractérisation des matériaux	39
I. Caractérisation de l'acier galvanisé.....	39
1. Analyse de la composition chimique	39
2. Caractérisation de la surface de l'acier galvanisé	42
2.1. Analyse de la composition chimique de la surface de l'acier galvanisé	42
2.2. Évaluation de la rugosité de surface.....	44
2.3. Évaluation de la mouillabilité et l'énergie libre de surface.....	45
3. Évaluation de l'épaisseur de la couche de zinc	47
II. Composite époxy/lin	48
1. Évaluation de l'état de surface du composite lin/époxy	48
1.1. Examen microscopique	48
1.2. Hauteur moyenne arithmétique	49
1.3. Mouillabilité et énergie libre de surface	50
III. Mouillabilité et énergie libre de la colle.....	51
IV. Conclusion.....	53
Chapitre 3 - Traitement de surface	54
I. Acier galvanisé.....	54
1. Traitement mécanique par sablage.....	54
2. Évaluation de l'épaisseur de zinc après le traitement de sablage	58
3. Caractérisation de la surface après le traitement de sablage	59
3.1. Analyse chimique de la surface	59
1.1. Évaluation de la rugosité de surface	60
1.1.1. Analyse statistique des résultats – cas des grands échantillons.....	63
1.1.2. Interprétation et discussion des résultats	64
1.2. Évaluation de la mouillabilité et l'énergie libre de surface.....	65
1.2.1. Analyse statique des résultats – cas des petits échantillons	70

1.2.2. Interprétation des résultats	71
3.3.3. Discussion	73
2. Traitement chimique de surface.....	73
II. Composite lin/époxy	75
1. Traitement de surface	75
2. Évaluation de l'état de surface après le traitement	76
2.1. Examen microscopique	76
2.2. Hauteur moyenne arithmétique	78
2.3. Mouillabilité et énergie libre de surface	79
III. Conclusion.....	82
Chapitre 4 - Tenue des assemblages collés	84
I. Essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) – Collage en acier/acier	84
1. Effet du traitement mécanique par sablage	84
2. Effet du traitement chimique par primaire de surface	88
II. Essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) – Collage en composite/composite - Effet du traitement mécanique de surface	90
III. Essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) – Collage en composite/acier	93
IV. Effet de la rigidité des matériaux sur le déroulement de l'essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) - Etude qualitative par simulation numérique	96
V. Conclusion.....	104
Conclusion générale et perspectives.....	106
Annexe A: Support éprouvette pour le traitement du sablage.....	109
Annexe B : Résultats des analyses statistiques.....	111
Annexe C: Diagramme d'équilibre Fer/Carbone.....	114
Bibliographie	115

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Composition chimique du cœur de l'acier galvanisé.....	41
Tableau 2: Composition chimique de la surface de l'acier galvanisé.	43
Tableau 3: Paramètres de rugosité évalués - ISO 4287 [71].	44
Tableau 4: Résultats des mesures de la rugosité de surface de l'acier galvanisé brut, sur 5 éprouvettes avec 9 mesures par éprouvettes.	44
Tableau 5: Énergies libres de surface et les composantes polaires et dispersives de l'eau distillée et l'iodure de méthylène à 25 °C - NF ISO 19403-2 [74].	45
Tableau 6: Résultats des mesures de l'angle de contact de l'eau distillée et l'iodure de méthylène de la surface de l'acier galvanisé brut, sur 5 éprouvettes avec 3 mesures par éprouvette pour chaque liquide.	47
Tableau 7: Estimation de l'énergie libre de la surface de l'acier galvanisé.	47
Tableau 8: Hauteur moyenne arithmétique (S_a) du composite lin/époxy.	49
Tableau 9: Angles de contact mesurés de l'eau et l'iodure de méthylène sur la surface du composite lin/époxy.....	50
Tableau 10: Estimation de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive du composite lin/époxy.	51
Tableau 11: Angles de contact de l'eau et l'iodure de méthylène sur la surface de la colle non polymérisée.	52
Tableau 12: Estimation de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la colle.	52
Tableau 13: Paramètres de sablage étudiés.	57
Tableau 14: Matrice des essais - traitement de sablage.....	57
Tableau 15: Evaluation de l'épaisseur de la couche zinc avant et après le traitement de sablage.	58
Tableau 16: Composition chimique de la surface de l'acier galvanisé avant et après le traitement de sablage.....	60
Tableau 17: Paramètres de la rugosité de surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec du sable de verre de granulométrie G200/300.	62
Tableau 18: Paramètres de la rugosité de surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec du sable de verre de granulométrie G90/150.	62
Tableau 19: Paramètres de la rugosité de surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec du sable de verre de granulométrie G70/110.	62
Tableau 20: Angles de contact de l'eau distillée (θ_e) et l'iodure de méthylène (θ_i) de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec une granulométrie de sable 200/300.	66
Tableau 21: Angles de contact de l'eau distillée (θ_e) et l'iodure de méthylène (θ_i) de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec une granulométrie de sable 90/150.	66
Tableau 22: Angles de contact de l'eau distillée (θ_e) et l'iodure de méthylène (θ_i) de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec une granulométrie de sable 70/110.	66
Tableau 23: Estimations de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la surface de l'acier galvanisé traitée avec G200/300.	69
Tableau 24: Estimations de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la surface de l'acier galvanisé traitée avec G90/150.	69
Tableau 25: Estimations de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la surface de l'acier galvanisé traitée avec G70/110.	69
Tableau 26: Traitements chimiques et/ou mécaniques de la surface d'acier galvanisé.....	75

Tableau 27: Angles de contact mesurés ainsi que l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive estimées pour l'acier galvanisé traité selon Tableau 26.	75
Tableau 28: Traitement de surface du composite lin/époxy.	76
Tableau 29: Hauteur moyenne arithmétique (Sa) mesurée du composite lin/époxy après différents traitements.	79
Tableau 30: Angles de contact mesurés après différents traitements de surface du composite lin/époxy.	81
Tableau 31: Estimations d'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive du composite lin/époxy après différents traitements de surface.	81
Tableau 32: Résistance au cisaillement des assemblages en acier/acier non-traités.	86
Tableau 33: Résistance au cisaillement des assemblages en acier/acier après les différents traitements de sablage.	86
Tableau 34: Différents traitements appliqués sur la surface de l'acier galvanisé avant l'assemblage par collage.	88
Tableau 35: Résistance au cisaillement des collages en acier/acier après traitement de surface.	89
Tableau 36: Résistance au cisaillement des collages en composite/composite avant et après traitement de surface.	91
Tableau 37: Traitement de surface de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy avant l'assemblage.	95
Tableau 38: Conditions appliquées sur les éprouvettes SLJ en acier/composite avant les essais de cisaillement à simple recouvrement.	95
Tableau 39: Effet des différents traitements mécanique et/ou chimique de surface sur la contrainte de cisaillement des assemblages acier/composite sous différentes conditions environnementales.	95
Tableau 40: Données des matériaux utilisées pour les simulations.	96
Tableau 41: Paramètres géométriques en mm testés numériquement afin de minimiser le moment fléchissant lors de l'essai de SLJ.	103
Tableau 42: Les composantes du support éprouvette - Traitement de sablage.	110
Tableau 43: Résultats de la comparaison de deux moyenne de Ra pour un nombre de mesure $n_1=n_2=45$ et à une estimation de risque $\alpha=0.05$	111
Tableau 44: Résultats de la comparaison de deux moyennes de l'angle de contact de l'eau distillée sur l'acier galvanisé pour un nombre de mesure $n_1=n_2=15$ et à une estimation de risque $\alpha=0.05$	112
Tableau 45: Résultats de la comparaison de deux moyennes de l'angle de contact de l'iodure de méthylène sur l'acier galvanisé pour un nombre de mesure $n_1=n_2=15$ et à une estimation de risque $\alpha=0.05$	112
Tableau 46: Résultats de la comparaison de deux moyennes de l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé à une estimation de risque $\alpha=0.05$	113

Liste des Figures

Figure 1: Structure d'une fibre élémentaire de lin à l'échelle microscopique [16].	20
Figure 2: État énergétique des molécules suivant leur position dans le matériau.	25
Figure 3: Angle de contact (a) d'une surface hydrophobe, (b) d'une surface partiellement mouillée, (c) d'une surface hydrophile.	26
Figure 4: Traitement mécanique par sablage.	29
Figure 5: Différents modes de rupture pour un collage béton/composite [44].	33
Figure 6: Eprouvette - essai de clivage en coin.	34
Figure 7: Eprouvette - essai de DCB.	35
Figure 8: Eprouvette - essai ENF.	35
Figure 9: Eprouvettes des tests SLJ et DLSJ.	37
Figure 10: Montage essai Arcan.	37
Figure 11: Une coupe transversale de l'acier galvanisé enrobée avec de la résine STRUERS-POLYFAST.	40
Figure 12: Image MEB du corps de l'acier galvanisé $\times 170$, 20 KV.	40
Figure 13: Image optique de la microstructure de l'acier $\times 50$.	42
Figure 14: Revêtement de zinc d'un acier qui a subi une galvanisation à chaud.	43
Figure 15: Image MEB de la surface de l'acier galvanisé $\times 100$.	43
Figure 16: Dispositif de mesure d'angle de contact.	46
Figure 17: (a) Eau distillée et (b) l'iodure de méthylène déposés sur la surface de l'acier galvanisé.	46
Figure 18 : Image MEB de coupe transversale de l'acier galvanisé brut $\times 200$.	48
Figure 19: Images optiques de la surface du composite lin/époxy $\times 32$.	49
Figure 20: Angle de contact de l'eau distillée déposée sur la surface du composite lin/époxy.	50
Figure 21: Angle de contact de (a) l'eau distillée et de (b) l'iodure de méthylène déposés sur la surface du film acrylique 9088-200.	52
Figure 22: Cabine de sablage de type OTMT-OT100.	56
Figure 23: Vue de l'intérieur de la cabine de sablage – support épreuve.	56
Figure 24: Image MEB d'une coupe transversale de l'acier galvanisé après un traitement de sablage G200/300.A90.P6 $\times 200$.	59
Figure 25: Images MEB de la surface d'une épreuve en acier galvanisé : (a) non-traitée, (b) traitée avec un traitement de sablage G200/300.A90.P6, (c) traitée avec un traitement de sablage G200/300.A75.P5.	61
Figure 26: Diagramme représentatif de l'effet de variation des différents paramètres de sablage sur la rugosité moyenne (R_a) de la surface de l'acier galvanisé.	63
Figure 27: Images optiques des gouttes d'iodure de méthylène déposées sur la surface de l'acier galvanisé, (a) non-traitée, (b) traitée avec G200/300, (c) traitée avec G90/150, (d) traitée avec G70/110.	67
Figure 28: Images optiques des gouttes d'eau distillée déposées sur la surface de l'acier galvanisé, (a) non-traitée, (b) traitée avec G200/300, (c) traitée avec G90/150, (d) traitée avec G70/110.	68
Figure 29: Diagramme représentatif de l'effet de variation des paramètres de sablage sur l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé.	70
Figure 30 : Images optiques de la texture du composite lin/époxy après différents traitements de surface $\times 32$, (a) Brut, (b) Tissu d'arrachage (TA-PA), (c) Polissage (PA SiC 180), (d) sablage G200/300.A90.P5, (e) sablage G90/150.A90.P5, (f) sablage G70/110.A90.P5.	77

Figure 31: Image optique d'une surface de composite lin/époxy traitée par le sablage G70/110.A90.P5	78
Figure 32: Gouttelettes de l'eau distillée déposées sur la surface du composite lin/époxy (a) non-traité, traité par (b) tissu d'arrachage, (c) polissage, (d) sablage 70/110, (e) sablage 90/150 et (f) sablage 200/300.....	80
Figure 33: Gouttelettes de l'iodure de méthylène déposés sur la surface du composite lin/époxy (a) non-traité, traité par (b) tissu d'arrachage, (c) polissage et (d) sablage.....	80
Figure 34: Essai de cisaillement à simple recouvrement- Collage SLJ en acier/acier.	85
Figure 35: La résistance au cisaillement et la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec un sable de verre G200/300.	87
Figure 36: La résistance au cisaillement et la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec un sable de verre G90/150.	87
Figure 37: La résistance au cisaillement et la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec un sable de verre G70/110.	87
Figure 38: Faciès de rupture des collages en composite/composite après l'essai de cisaillement à simple recouvrement SLJ.....	92
Figure 39: Courbes de variation de la contrainte au cisaillement des collages en composite/composite en fonction de la déformation pour différents traitements de surface appliqués avant l'assemblage. .	92
Figure 40: Variation de la résistance au cisaillement des collages en composite/composite en fonction de la composante dispersive de l'énergie libre de surface du composite lin/époxy avant et après traitement de surface.	93
Figure 41: Modèle CAO de l'essai de cisaillement simple recouvrement (a) Collage en acier/acier, (b) Collage en acier/composite.	97
Figure 42: Zone du collage de 12,5 x 25 mm ² dans un modèle numérique d'une éprouvette SLJ en acier/acier.	98
Figure 43: Type d'élément de la colle sur Abaqus.....	98
Figure 44: Répartitions de la contrainte de von Mises dans l'éprouvette SLJ (a) Collage en acier/acier (b) Collage en acier/composite.....	100
Figure 45 : Déplacements verticaux U2 en mm des éprouvettes SLJ (a) Collage en acier/acier (b) Collage en acier/composite.	100
Figure 46: Déplacement vertical (U2) en fonction du déplacement imposé (U1) d'un nœud N2933 appartenant au substrat encastré lors de la simulation numérique d'un essai SLJ.	101
Figure 47: Différentes géométries des éprouvettes SLJ en acier/composite adaptées afin de minimiser le phénomène de flexion au niveau du substrat composite lors de l'essai de cisaillement.....	102
Figure 48: Déplacement vertical (U2) en fonction du déplacement imposé (U1) d'un nœud N2933 appartenant au substrat composite lors de la simulation numérique de l'essai SLJ du collage en acier/composite pour des éprouvettes de différentes géométries.	104
Figure 49: Support éprouvette - Traitement de sablage.	109
Figure 50: Modèle CAO du support éprouvette.	109
Figure 51: Diagramme d'équilibre Fer/Carbone.....	114

Remerciement

J'aimerais tout d'abord remercier M.NASRI qui m'a offert l'opportunité de réaliser cette thèse. Je remercie également M.TAWFIQ qui a veillé, consciencieusement, au bon déroulement de mes travaux de recherche tant sur un plan psychique qu'opérationnel, tout au long de ces années. Je souhaite vivement remercier M.MAALEJ qui m'a apporté une aide précieuse surtout à la fin, une période particulièrement difficile, stressante, durant laquelle la motivation touchait son plus bas. Je tiens à témoigner toute ma reconnaissance à Mme.KLINKOVA pour sa contribution rigoureuse à ce travail.

J'adresse mes sincères remerciements à M.BAYRAKTER, M.BEN BRAHIM et Mme.KATUNDI pour leurs encouragements et leur soutien moral ainsi que leur contribution à cette thèse.

Un grand merci à M.TOUMI pour son amitié, son aide et ses précieux conseils.

Je tiens à remercier tous les membres de l'équipe tribologie, de l'équipe instrumentation et de l'atelier mécanique pour avoir mis à ma disposition le matériel et l'équipement nécessaire pour bien mener mes travaux de recherche.

Pour terminer, je tiens à témoigner toute ma gratitude à mes parents pour leurs confiances et leur soutien inestimable, et ce, à partir de mon jeune âge. Mon brillant parcours scolaire, m'a permis d'accéder au lycée pilote de Nabeul (LPN), destiné aux élites. Depuis, j'ai vécu loin d'eux et loin de toute ma famille. Jusque-là, j'ai consacré toute ma vie à mes études. Aujourd'hui, j'ai l'honneur d'offrir le diplôme auquel je tends par cette thèse, à mes parents et j'en suis très fière.

Résumé

Le collage structural est l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux via un adhésif. Cette technique s'impose de plus en plus dans l'industrie grâce à ses nombreux avantages tels que l'amélioration de la performance globale des assemblages, l'optimisation de la définition des structures et la simplification de certains processus industriels. Toutefois, l'utilisation de cette technique peut être limitée par les faibles propriétés d'adhésion des matériaux à l'état brut. A cet effet, le traitement de surface est une étape primordiale afin d'améliorer et augmenter l'aptitude du collage du matériau. L'objectif principal de cette thèse est d'établir une procédure de préparation de surface confèrent à l'acier galvanisé et au composite lin/époxy les meilleures propriétés d'adhésion. Une étude de l'impact des différents traitements mécaniques et/ou chimiques sur la topographie, la rugosité, la mouillabilité et l'énergie libre de surface de ces deux matériaux ainsi que la résistance au cisaillement des collages acier/acier, composite/composite et acier/composite a été établie. Cette étude a révélé qu'un traitement mécanique par sablage conférerait à l'acier et au composite une aptitude du collage plus importante que d'autres traitements tels que le polissage, le tissu d'arrachage et les primaires de surface. Néanmoins, ce traitement engendrait quelques effets indésirables tels que l'endommagement des fibres de lin, la création des microfissures, la présence des résidus de sable et la fragilisation de la tenue de l'assemblage acier/composite à l'humidité.

Mots clés : Assemblage métal/composite, Composite lin/époxy, Acier galvanisé, Collage, Traitement de surface, Sablage, Polissage, Tissu d'arrachage, Primaire de surface, Composition chimique, Rugosité, Angle de contact, Energie libre de surface, Essai de cisaillement à simple recouvrement, Adhésion.

Abstract

Structural bonding is a widely used technique that consists in assembling two or more materials using an adhesive. Due to its numerous advantages mainly mass reduction, vibration damping and bond continuity, this bonding technique has found its place among different fields such as transportation, automotive industry and aerospace aviation. Yet the application of this method could sometimes be limited by the low adhesion properties of some materials. Neutral substrates are usually protected by grease, oil, or a chemically modified layer due to oxidation phenomena and environmental pollution. Thus untreated materials have very low surface free energy and limited available areas for bonding. Surface treatment before bonding is a necessary step to generate dipoles on the surface and to improve surface quality. The key parameters considered to ensure a strong metal to metal, composite to composite or metal to composite adhesion are the surface topography, roughness and free energy. The primarily goal of this thesis, is to improve flax composite to galvanized steel bonded assembly adhesion strength. In this regard, the effect of different surface treatments on both materials' surface quality was studied. Afterwards, single lap shear joint mechanical tests were applied for both composite to composite and steel to steel assemblies in order to identify the surface treatment providing to each material the best adhesion abilities. Mechanical tests revealed that flax composite and galvanized steel specimens treated with sandblasting using a 90° angle, a 5×10^5 Pa pressure and a 90/150 glass sand granulometry, presented the highest shear adhesion strength. Yet, once exposed to heat and humidity, composite to steel assemblies, which their surfaces were treated using sandblasting, witnesses a significant decrease in their adhesion strength compared to non-treated specimens. Sandblasting was also proven to causing surface defect and sand residues which could eventually result in premature assembly failure.

Key words : Metal/Composite assemblies, Flax composite, Galvanized steel, Bonding, Surface treatment, Sandblasting, Sanding, Peelply, Surface primer, Chemical composition, Roughness, Contact angle, Surface free energy, Single lap shear joint, Adhesion strength.

Introduction générale

Le collage structural est une technique d'assemblage qui est largement utilisée dans le domaine du transport, l'industrie automobile et l'aérospatiale. Elle consiste à assembler deux ou plusieurs matériaux souvent de nature différente à travers un adhésif. Cette technique présente plusieurs avantages tels que l'allègement de la structure, la continuité de la liaison, l'amortissement des bruits et des vibrations. Les assemblages métal/composite sont de plus en plus présents dans l'industrie. Les composites les plus performants et les plus utilisés sont les composites à matrice organique renforcés avec des fibres synthétiques tels que les fibres de verre et les fibres de carbone [5, 9, 10, 32]. Cependant, les fibres synthétiques sont constituées de ressources non renouvelables et ils sont difficiles à recycler. Leur production contribue au réchauffement climatique dû au dégagement de gaz toxique. Les préoccupations du public concernant l'environnement, les changements climatiques, la consommation d'énergie et les émissions de gaz à effet de serre imposent des exigences croissantes pour l'utilisation des bio-composites tels que les composites à matrice organiques renforcés avec des fibres naturelles.

Les fibres naturelles, notant à titre d'exemple l'alpha, le chanvre et le lin, sont de bons exemples de matériaux renouvelables qui offrent plusieurs avantages économiques, techniques et écologiques par rapport aux fibres synthétiques. En raison de la grande quantité relative, du coût bas de la matière première, de la basse densité, des propriétés spécifiques élevées, et du profil environnemental positif, les fibres naturelles sont considérées comme des substituts potentiels aux fibres synthétiques [5, 32].

Les substrats neutres sont généralement protégés par de la graisse, de l'huile ou bien d'une couche chimiquement modifiée à cause du phénomène d'oxydation, de la procédure de fabrication ou les saletés générés par l'environnement. Par conséquence, ces matériaux possèdent des énergies libres de surface très faibles ce qui limite les surfaces disponibles pour le collage.

Le traitement de surface du matériau avant le collage est une étape indispensable afin d'améliorer ses propriétés d'adhésion. Les méthodes de prétraitement de surface sont nombreuses, les plus courantes sont les procédés mécaniques, chimiques et électrochimiques

[39]. Afin d'améliorer les propriétés physique et chimique de la surface, la combinaison des différents procédés est possible [39-45].

L'effet des différents traitements de surface dépend de la nature de matériau [54, 61, 98] et des différents paramètres de traitement choisis [11, 50-55, 57, 60]. Un traitement de surface mécanique, chimique ou autre, peut avoir un effet sur la qualité de surface d'un matériau plutôt qu'un autre. Ainsi une procédure de traitement de surface spécifique de chaque matériau doit être mise en place.

Outre que la topographie, la rugosité [50-53], l'énergie libre [51-54] et les propriétés chimiques de la surface [50], des paramètres tels que le degré de propreté de la surface [94], les propriétés intrinsèques de la colle utilisée [11], son épaisseur [97] et ses caractéristiques chimiques [10] doivent être prises en compte pour assurer une forte adhérence métal/métal, composite/composite ou bien métal/composite.

L'objectif de cette thèse est d'identifier les caractéristiques surfaciques conférant à un métal ou bien à un bio-composite des bonnes propriétés d'adhésion. Nous avons commencé par établir l'état de l'art sur les composites à base des fibres naturelles ainsi que leurs caractéristiques physiques et chimiques. Ensuite, une recherche bibliographique sur les caractéristiques de la surface des métaux et des composites à l'état brut, les théories d'adhésion et les traitements de surface les plus performants a été réalisée. A la suite de cette recherche, l'étude de l'impact des différents traitements de surface, sur les propriétés de surface d'un métal et d'un bio-composite présélectionnés a été présentée. Afin d'évaluer les aptitudes d'adhésion de ces matériaux après traitement de surface, des essais mécaniques sur des collages métal/métal et composite/composite ont été établis. Cette évaluation nous a permis d'identifier le traitement de surface adéquat pour chaque matériau. A la fin de cette procédure, une étude de la résistance des collages métal/composite, dont les surfaces étaient modifiées, sous différentes conditions environnementales a eu lieu. Ce travail de recherche était clôturé par une évaluation par simulation numérique de l'essai mécanique adopté pour caractériser l'adhérence des collages métal/métal, composite/composite et métal/composite.

Chapitre 1 - Bibliographie

L'objectif de ce chapitre est d'établir l'état de l'art sur les matériaux composites à base des fibres naturelles, leurs comportements physiques sous différentes conditions environnementales et les traitements de surface les plus utilisés pour la préparation des métaux et des composites avant le collage.

I. Matériaux composites

Un matériau composite est l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux non miscibles. On distingue un matériau rigide et résistant à phase discontinue répartie dans une phase continue. La phase discontinue, qui joue le rôle du renfort, possède généralement des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue qui joue le rôle de la matrice. La matrice est le liant qui maintient les renforts (fibre, inclusion...) ensemble. Elle permet l'alignement et la stabilisation de toute la structure composite et le transfert de la charge aux renforts par adhérence et / ou friction. Elle fournit également la rigidité et la forme à l'élément structural, protège les renforts contre les produits chimiques et la corrosion. La capacité de charge du composite dépend de la structure chimique de la matrice, c'est-à-dire thermodurcissable ou thermoplastique. Le matériau ainsi obtenu est très hétérogène et fortement anisotrope dont les propriétés dépendent principalement des propriétés des matériaux constituants, leur distribution géométrique et la nature de l'interface matrice-renfort.

Les composites les plus utilisés dans l'industrie sont les composites à matrice organique renforcés avec des fibres synthétiques tels que les polymères renforcés de fibres de verre (PRFV), les polymères renforcés de fibres de carbone (PRFC) et les polymères renforcés de fibres d'aramide (PRFA) [18]. Les composites à matrice organique renforcés avec des fibres naturelles de type chanvre ou lin font progressivement partie de cette industrie.

Les matériaux composites pourraient être personnalisés afin d'augmenter leur résistance en agissant sur le teneur en fibres ou bien leur drapage [4, 5, 6].

En raison de leur légèreté, leur bonne résistance à la corrosion et leur importante amplitude de déformation, les PRFs ont été utilisés comme renforcement alternatif de l'acier dans les applications de construction génie civil [2, 28]. Les PRFV sont les composites les plus rentables et les plus commercialisés. La combinaison du PRFV et de barres d'acier en tant que

renforcement de colonnes dans les constructions génie civil s'est également révélée être possible et efficace [28].

Cependant, l'utilisation des matériaux composites dans ce domaine pourrait parfois être limitée par leur faible résistance à la compression, au feu et aux températures élevées [3, 23, 24, 25, 29].

Les PRF sont largement utilisés dans les domaines de l'automobile, de l'aérospatiale et de la marine. Le processus d'assemblage est inévitable dans la fabrication des composants stratifiés en PRF, en particulier ceux présentant des géométries complexes et de grandes tailles. La technologie d'assemblage la plus courante et la plus rentable pour les composites est le collage structural. Néanmoins, les faibles propriétés d'adhésion des composites à l'état brut peut parfois engendrer la limitation de leur utilisation dans les structures hybrides. Le traitement de surface des composites avant le collage est recommandé.

Les autres facteurs susceptibles d'influencer défavorablement l'utilisation des matériaux composites dans l'industrie sont leur faible durabilité sous des conditions environnementales sévères telles que l'humidité et la température [1, 17, 26]. Le vieillissement des composites organiques est un problème complexe qui entraîne généralement la dégradation de ses propriétés mécaniques, ce qui réduit la durée de vie de la structure conçue et induit des modes de défaillance prématuré.

L'objectif principal de cette partie est d'examiner les différentes limites d'utilisation industrielle des PRFs et les solutions envisagées jusqu'à présent.

1. Effet de l'humidité sur les polymères renforcés par des fibres (PRFs)

L'humidité est l'un des facteurs les plus agressives pour les composites organiques, qui affecte tous ses composants en partant de la matrice et les fibres jusqu'à l'interface fibre-matrice. La matrice est la principale victime de l'absorption d'eau due à la nature hydrophile de nombreuses résines largement utilisées telles que les résines époxy et vinylester [26].

L'action de l'eau dans un polymère se fait via un mécanisme de diffusion des molécules d'eau dans la matrice. Le modèle de diffusion le plus simple est la loi de Fick [52, 58, 95]. Cependant, dans de nombreux cas, ce modèle ne représente pas totalement le processus d'absorption. Ces cas sont appelés non Fickiens ou anormaux. Fernandes et al. [95] ont étudié le mécanisme de diffusion des molécules d'eau dans un stratifié carbone-époxy. Dans cette étude le processus de diffusion était plus lent dans le stratifié que dans l'adhésif grâce à la présence des fibres qui agissaient comme des barrières retardant la saturation complète de

l'adhésif en eau. De nombreuses études [1, 17, 52, 58, 95] ont montré que la température de transition vitreuse (T_g), la charge maximale, la résistance à la rupture et le module de Young des PRF diminuent au fur et à mesure de l'augmentation de la masse d'eau absorbée par la matrice organique. Fernandes et al. [95] trouvaient que le module de Young dans l'état vitreux est réduit après l'absorption d'eau mais revient à sa valeur initiale après séchage. Un vieillissement dans l'eau d'un polymère peut également engendrer l'hydrolyse qui est la cause principale d'une dégradation irréversible au sein de l'adhésif. Dans certain cas, l'hydrolyse entraîne une scission des chaînes de polymère avec une diffusion des molécules hydrolysées hors de la matrice. Ce phénomène est appelé la lixiviation. Le processus d'hydrolyse accompagné de lixiviation est généralement visible par la mesure de la masse de l'échantillon au cours du temps d'immersion dans l'eau. Une recherche menée par Chilali et al. [15] a révélé que, après un vieillissement dans l'eau, les composites thermodurcissables absorbaient plus d'eau que les composites thermoplastiques.

Les fibres de carbone et les fibres de verre sont résistantes à l'humidité. Par conséquent, la résistance au vieillissement des PRFC et des PRFV dépend principalement de la perméabilité et de la résistance à la fissuration de la résine. Leur faiblesse vis-à-vis de l'humidité se situe à l'interface matrice-fibre. En raison de la non-absorption de l'eau par les fibres et de la nature hydrophile de certaines résines, un gonflement différentiel pourrait se produire, provoquant la création des contraintes résiduelles au niveau de l'interface fibre-matrice. Le comportement au vieillissement des PRFs pourrait être amélioré en renforçant l'adhésion fibre-matrice à travers des traitements chimiques de surface des fibres par des primaires de surface tels que le silane [21, 22], l'époxy [19] et l'acide méthacrylique [20]. Les composites à matrice organique renforcés avec des fibres synthétiques résistent mieux au vieillissement que les bio-composites [14]. Ceci est dû à la nature hydrophile des fibres naturelles. L'hybridation des composites à base de fibres naturelles avec des plis à base des fibres de verre, fibres de carbone et fibres de basaltes s'est révélée être une bonne solution à ce problème [30- 33]. Les fibres de carbone sont plus résistantes à l'humidité que les fibres d'aramide et du verre [1]. Par ailleurs, l'absorption d'eau par les FRPs augmente en fonction de la température, la durée d'exposition et les sollicitations extérieures appliquées à la structure [82].

2. Comportement des FRPs sous des températures élevées

Les fibres synthétiques telles que les fibres de verre peuvent conserver leur propriétés mécaniques à des températures relativement élevées, mais la plupart des polymères sont vulnérables à des températures beaucoup plus basses en raison de leur basse température de

transition vitreuse T_g qui affecte les propriétés mécaniques des PRF principalement la rigidité et la résistance. Hajiloo et al. [24] ont reporté que les barres en PRFV perdent leur résistance et leur rigidité sous des hautes températures.

3. Traitement de surface des FRPs avant le collage

Les composites à bases de polymères sont généralement caractérisés par des surfaces chimiquement inertes, très lisses, moulées et composées principalement de la résine. Leurs énergies libres de surface ont tendance à être faibles, en particulier pour les matrices thermoplastiques [35], ce qui rend difficile le mouillage des surfaces avec de l'adhésif. Par conséquent, le traitement de surface est une étape nécessaire pour améliorer les qualités de surface et l'adhérence des structures composites collées [99].

Certains traitements de surface agissent sur l'aspect physique de la surface, plus précisément la rugosité, la mouillabilité et l'énergie libre de surface, tels que le polissage [9, 10, 38, 99], le sablage [10, 35-37], le tissu d'arrachage [7, 8, 10, 35-38], le fraisage [11], le plasma [34, 35, 37] et l'attaque chimique par acide ou par solution alcaline [38]. D'autres traitements visent à modifier les propriétés chimiques de surface telles que le traitement par plasma [83] ou bien le revêtement de couronne et de la silice [13, 35-37, 99].

Le tissu d'arrachage est une technique simple et peu coûteuse qui consiste à déposer un tissu en polyamide ou bien en polyester sur la surface du composite avant le cycle de cuisson du matériau et d'arracher ce tissu une fois le composite est cuit afin de modifier le profil géométrique de la surface. Bénard et al. [7, 8] ont étudié l'effet de différents traitements de surface par le tissu d'arrachage sur les propriétés de surface des PRFC et des PRFV. Ces études ont révélé que l'énergie libre de surface et la rugosité induites par un tel traitement dépendent fortement de la nature chimique du tissu, son grammage et la taille de ses fibres. Bénard et al. [7] et Kanerva et al. [79] ont révélé que les tissus d'arrachage en polyamide produisaient des PRFV et des PRFC avec une énergie libre de surface et une résistance au cisaillement des collages composite/composite plus importantes que les éprouvettes traitées avec des tissus d'arrachage en polyester. Selon les auteurs, cela est due à l'effet de la nature du polyamide sur les propriétés chimiques de la surface. Contrairement au traitement de surface par abrasion, le traitement par le tissu d'arrachage génère des surfaces régulières et homogènes [38]. Huang et al. [12] ont montré que les surfaces à géométrie régulière possèdent des propriétés d'adhésion élevées. Malgré les nombreux avantages des traitements de surface par les tissus d'arrachage, les résidus des fibres présents au niveau de la surface

traitée peuvent parfois provoquer des défauts au niveau du collage affaiblissant ainsi l'adhésion de la structure [10].

Un autre traitement de surface très couramment utilisé pour les composites est le polissage. Ce traitement consiste à polir la surface via des papiers contenant des grains abrasifs de grande dureté afin de nettoyer cette dernière et modifier son profil géométrique ainsi que sa rugosité. Le polissage peut être fait manuellement ou à travers des machines. Une étude réalisée par Yang et al. [9] concernant l'effet de différents mode de polissage sur la résistance au cisaillement des structures PRFC collées a révélé que la meilleure adhésion était obtenue lorsque la surface du composite était polie dans différent direction. Dans cette recherche, la taille des grains de papier abrasif a considérablement affecté les propriétés d'adhésion de la surface et la meilleure résistance au cisaillement était obtenue lorsque les éprouvettes étaient traitées avec des papiers abrasifs en carbure de silicium 220. La rugosité de surface et l'endommagement des fibres augmentaient en fonction de la taille des grains abrasifs.

Par ailleurs, le sablage est un traitement mécanique de surface qui a été récemment considéré comme un traitement simple et efficace pour les PRFs. C'est une technique de traitement par abrasion qui consiste à bombarder la surface par un flux de particules minérales ou bien métalliques afin de modifier sa topographie et sa rugosité. Sorrentino et al. [10] ont montré que ce dernier pourrait améliorer d'avantage la résistance au cisaillement des PRFC collés que d'autres traitements tels que le polissage et le tissu d'arrachage. Junior et al [36] ont étudié l'effet des différents traitements de surface sur l'adhérence des collages composite/composite. Cette étude a révélé qu'un traitement de sablage suivi d'un revêtement de silice engendrait des surfaces plus rugueuses avec une meilleure adhésion. Dans certain cas, la compatibilité chimique entre les fibres renforcent le matériau composite et la colle utilisée pour l'assemblage peut être plus importante que entre la colle et la résine d'où vient l'intérêt des traitements de type polissage ou sablage, qui contrairement au tissu d'arrachage, génèrent l'exposition des fibres au niveau de la surface [10,38].

II. Composite en fibre de lin

Les fibres naturelles telles que le lin, le jute et le chanvre ont été utilisés par l'homme pendant des milliers d'années, les premiers enregistrements d'utilisation des fibres naturelles étaient dans le domaine de textile. Au cours des dernières décennies, l'utilisation de fibres naturelles dans les matériaux composites a suscité un intérêt considérable, où ces fibres peuvent être combinées avec des polymères thermodurcissables ou thermoplastiques pour créer des composites à base de fibres naturelles. Les composites renforcés avec des fibres naturelles

sont utilisés dans de nombreuses activités industrielles telles que l'automobile et le génie civil. Les fibres de lin et de chanvre sont des ressources de haute qualité disponibles en grandes quantités. L'Europe est le plus grand producteur, avec plus de 150 000 tonnes métriques de fibres par an, soit 80% de la production annuelle mondiale de lin. Le lin est l'une des bio-fibres la plus utilisée et la plus commercialisée dans le monde. Il est également l'un des premiers à être extrait, filé et tissé dans les textiles.

1. Fibre de lin

1.1. Structure des fibres de lin

Comme le coton, la fibre de lin est un polymère de cellulose, mais sa structure est plus cristalline, ce qui la rend plus solide, plus rigide à manipuler et plus facilement ridée. Les plantes de lin ont une longueur allant jusqu'à 90 cm et possèdent des fibres solides tout le long de leur tige qui ont un diamètre moyen de 12 à 16 micromètre [5]. Au niveau macroscopique, une tige de lin est composée, de l'extérieur vers l'intérieur, d'écorce, de phloème, de xylème et d'un vide central. La section transversale d'un faisceau contient entre 10 et 40 fibres qui sont liées entre elles principalement par de la pectine. La microstructure d'une fibre de lin est extrêmement complexe. A l'échelle microscopique, chaque fibre élémentaire est elle-même constituée de parois cellulaires concentriques, qui diffèrent les unes des autres en termes d'épaisseur et de disposition de leurs composants constitutifs. Au centre d'une fibre élémentaire, nous trouvons des cylindres concentriques avec un petit canal ouvert au milieu qui contribue à l'absorption d'eau. Sur le côté extérieur, nous trouvons une paroi cellulaire mince, c'est la paroi primaire qui recouvre une paroi cellulaire secondaire plus épaisse. La paroi secondaire est responsable de la résistance de la fibre et contient trois couches S1, S2 et S3 respectivement en allant du centre vers l'extérieur comme cela est illustré dans la Figure 1 [16]. La paroi S2 est la plus épaisse parmi les trois et elle contient de nombreuses microfibrilles qui représentent environ 70% du poids d'une fibre de lin et qui sont susceptibles d'agir comme matériau de renfort au sein de la fibre.

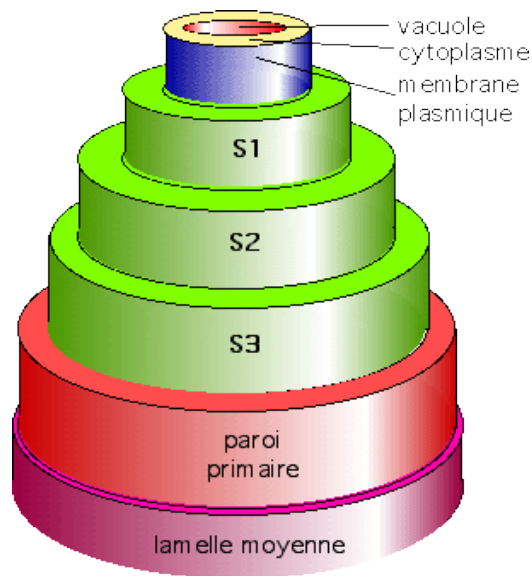


Figure 1: Structure d'une fibre élémentaire de lin à l'échelle microscopique [16].

1.2. Composition chimique des fibres de lin

Les constituants principaux d'une fibre de lin sont la cellulose, l'hémicellulose, la cire, la lignine et la pectine, en quantités variables. La cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont des composants de base qui déterminent la physique des fibres [33].

La cellulose est le constituant organique le plus performant dans la fibre et qui présente une morphologie semi-cristalline. Cependant, la cellulose est composée d'une grande quantité des groupes d'hydroxyles qui forment des liaisons inter et intra moléculaires de type hydrogène avec la macromolécule. Ces groupes hydroxyles donnent un caractère hydrophile aux fibres de lin. Due à une non-compatibilité chimique entre les bio-fibres avec les matrices hydrophobes, les fibres du lin adhèrent mal aux résines et résistent peu à l'humidité [14, 32].

La lignine forme avec la cellulose et l'hémicellulose la grande majorité de la biomasse, elle est le deuxième après la cellulose en termes d'abondance. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition. Toutes les plantes vasculaires, ligneuses et herbacées, fabriquent de la lignine. La structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques hydroxyles et éthers.

Les hémicelluloses représentent le troisième composant principal juste après la cellulose et la lignine. Elles constituent une famille très diversifiée de molécules, qui sont liés aux fibrilles de cellulose par des liaisons hydrogène. Les polymères hémi-cellulosiques sont ramifiés, entièrement amorphes et ont un poids moléculaire beaucoup plus faible que la cellulose. En

raison de leurs structures ouvertes contenant de nombreux groupes hydroxyle et acétyle, les hémicelluloses sont hygroscopiques et partiellement solubles dans l'eau.

Les pectines sont présentes dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules avec des moindres quantités que la cellulose et la lignine mais qui restent un élément d'importance. Comme les hémicelluloses, elles permettent de maintenir la cohésion entre les cellules des tissus végétaux où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire, responsables de la rigidité et de la cohésion.

2. Matrices pour les fibres de lin

Les matrices thermoplastiques adéquates pour les fibres naturelles sont le polypropylène (PP), le polyéthylène (PE) et le polystyrène (PS). Pour les matrices thermodurcissables, les résines de polyester, l'ester vinylique et l'époxy peuvent être déployés.

Les polymères thermoplastiques présentent de nombreux avantages par rapport aux polymères thermodurcissables dans la fabrication de bio-composites tels qu'une flexibilité de conception et une facilité de moulage de pièces complexes [5]. Cependant, l'utilisation des polymères thermoplastiques dans la fabrication des bio-composites est limitée par la température de traitement. Cette dernière ne doit pas dépasser les 230 ° C pour éviter la dégradation des bio-fibres. Parmi les polymères thermoplastiques, le PP est le plus largement utilisé dans la fabrication des bio-composites en raison de sa faible densité, de ses bonnes propriétés mécaniques, de sa résistance à des températures relativement élevées, de son excellente aptitude au traitement et de sa bonne résistance aux chocs. Bien que les matériaux thermoplastiques dominent actuellement, plusieurs chercheurs tournent vers les thermodurcissables. En effet, les polymères thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques, une résistance chimique, une stabilité thermique et une durabilité globale plus élevées que les polymères thermoplastiques. En outre, les thermodurcissables permettent une plus grande flexibilité dans les configurations de fibres structurelles et peuvent être traités à température ambiante ou à des températures qui ne dépassent pas la température de dégradation des fibres naturelles. Parmi les thermodurcissables, l'époxy est le plus utilisé. En effet, les résines époxy offrent des performances mécaniques élevées (une résistance à la traction et à la compression et un module de Young très élevé) ainsi qu'une résistance aux solvants et à la dégradation engendrée par l'environnement. L'ester de vinyle est également largement utilisé pour son excellente résistance chimique, son bon pouvoir thermique et ses propriétés d'impact.

La ductilité de la matrice a une influence sur la propagation de l'endommagement. Les matrices thermoplastiques ont été reporté d'avoir une meilleure résistance à la propagation des délaminages que les matrices thermodurcissables [84-86].

En ce qui concerne le comportement hydrique, les composites thermodurcissables en fibres de lin absorbent plus d'eau que les composites thermoplastiques [85, 86]. La perte de rigidité des composites thermodurcissables en fibres de lin dû à l'humidité est plus importante que celle des thermoplastiques.

3. Caractéristiques mécaniques des composites en fibres de lin

Le gain de masse est la préoccupation majeure des industriels dans le domaine de l'aéronautique et l'automobile. Les structures légères sont cependant sujettes à des vibrations qui entraînent une instabilité indésirable de la structure. En plus de leurs faibles densité et bonnes propriétés mécaniques, les composites en fibres de lin sont caractérisés par un amortissement des vibrations trois fois plus élevé que les composites en fibre de carbone et les composite en fibre de verre [4, 87]. Ce composite possède des propriétés mécaniques assez similaires à celles du composite en fibres de jutes et légèrement supérieurs à celles du composites en fibres de chanvre [89]. Les fibres de lin sont moins chères que les fibres synthétiques et possèdent un module spécifique plus élevé mais une rigidité comparable à celle des fibres de verre [5, 6, 88]. Les fibres de lin peuvent être utilisées dans la fabrication des bio-composites tant que la température de fabrication ne dépasse pas les 200 °C et que la structure finale est utilisée dans des domaines d'application où la température est inférieure à 125 °C. Lors de l'utilisation de fibres naturelles, il est important de comprendre que, contrairement aux fibres synthétiques, les fibres naturelles présentent un comportement de traction élastique non linéaire [5].

4. Comportement hydro-thermique des composites en fibre de lin

Le problème de l'infiltration d'humidité dans les composites polymères renforcés de fibres naturelles est d'une grande importance surtout dans les industries de l'automobile et de la marine. La présence d'humidité dans ces matériaux peut affecter de manière significative leurs propriétés générales et engendrer la limitation de leur utilisation. La présence des groupes hydroxyle et carboxyle dans la composition chimique des fibres naturelles est la raison pour laquelle ces matériaux possèdent une faible résistance à l'humidité [5, 14, 32, 33].

Wroblewski et al. [14] ont étudié l'effet d'un vieillissement hydro-thermique sur les composites en fibres de lin et les composites en fibres de verre. Ils ont trouvé que les composites en fibre de lin absorbent plus d'eau et résistent moins au vieillissement que les composites en fibres de verre, ceci est due à l'hydrophilie des fibres de lin. L'eau absorbée s'infiltre dans les pores et les régions amorphes des fibres et réduit alors la cohésion entre les micro-fibrilles en transformant la matrice pectique de la fibre en un gel presque fluide.

Lors d'une expérimentation comparative menée par Chilali et al. [86], un vieillissement dans l'eau augmentait la ductilité des composites à matrice thermoplastiques ou bien thermodurcissables renforcés avec des fibres de lin. La perte de rigidité était plus prononcée dans le cas du composite à matrice thermodurcissable. Cela est due au fait que les thermodurcissables absorbent plus d'eau que les thermoplastiques.

L'augmentation de la température peut altérer les propriétés mécaniques des fibres de lin à cause de la vaporisation de l'eau existant au niveau de sa structure, ce qui réduit la cohésion de cette dernière. Des déformations thermiques sont susceptibles d'apparaître et de créer des fissures et des endommagements irréversibles.

5. Hybridation des composites en fibre de lin

Les fibres naturelles présentent des avantages mais aussi des inconvénients qui doivent être pris en compte lors de leur incorporation comme des renforts pour des matériaux composites. Les inconvénients majeurs de l'utilisation de fibres naturelles sont leur faible résistance au feu et à l'humidité. Les fibres naturelles sont également sujettes à de fortes variations de propriétés mécaniques en raison de la variabilité des climats de croissance et des conditions de récolte [90]. Ils présentent également une mauvaise adhérence à diverses matrices. L'hybridation des composites à base des fibres naturelles avec des fibres synthétiques offre une solution intéressante pour améliorer les performances mécaniques ainsi que la résistance à l'humidité de ses composites.

Saidane et al. [32] ont étudié l'effet de l'hybridation de composite lin/époxy, avec des plis en fibres de verre, sur sa durabilité au vieillissement hydro-thermique. Cette recherche a révélé que pour les composites en fibres de lin ou bien en fibres de verre, il existe trois modes de défaillance : soit une rupture au niveau de la matrice, soit au niveau de l'interface fibre-matrice ou bien au niveau des fibres. L'hybridation du composite lin/époxy avec des plis verre/époxy a engendré un quatrième mode de défaillance qui est le délaminage. Ce mode de

rupture est dû à la différence des coefficients des dilatations thermiques entre les fibres de lin et les fibres de verre. L'hybridation des composites lin-époxy avec des plis en fibres de verre diminue le coefficient de diffusion ainsi que la saturation en eau de l'hybride et améliore ses propriétés mécaniques. Flynn et al. [30] ont étudié l'effet de l'incorporation des plis en fibres de carbones au centre et aux extrémités d'un composite en fibre de lin sur ses propriétés mécaniques. Ils ont trouvé que pour une incorporation de 12% de fibre de carbone dans le composite en fibre de lin, le module de flexion et les propriétés d'impact du composite en fibre de lin augmentait de 400%. En ajoutant entre 15% et 20% de fibres de carbone dans la structure de ce matériau, son amortissement aux vibrations augmentait de 35%.

Zivkovi et al. [33] ont étudié l'effet de l'hybridation des composites en fibres de lin avec des plis en fibres de basalte. Les résultats coïncident avec l'étude précédente. Les hybrides lin/basalte résistaient plus au vieillissement dans l'eau que les composites en fibre de lin. L'utilisation des plis renforcés avec des fibres en basalte aux extrémités du composite lin permet la protection des fibres végétale de nature ligno-cellulosique et la diminution de la quantité d'eau absorbé par le composite. Almansour et al. [31], ont constaté que l'incorporation des fibres de basalte dans des composites lin/ester vinylique a augmenté la durabilité, le comportement hydrofuge et l'énergie de rupture de 58% par rapport aux composites lin/ester vinylique.

III. Assemblage par collage

1. Théorie d'adhésion

Pour qu'un assemblage soit performant et durable, il est nécessaire d'obtenir un niveau d'adhésion optimale. Cette condition implique une bonne compréhension des mécanismes qui sont à l'origine du phénomène d'adhésion. Plusieurs théories ont été développées pour proposer des mécanismes d'interaction entre un matériau et un adhésif. Les théories de l'adhésion sont basées sur deux types d'interaction : interactions physiques et interactions chimiques. Les interactions physiques sont réparties en des interactions mécaniques et des interactions thermodynamiques. Les interactions mécaniques s'expliquent par la pénétration de la colle dans les microcavités et les pores du substrat permettant ainsi un ancrage mécanique entre les matériaux collés. Ces interactions dépendent de la rugosité de la surface et la viscosité de la colle. Les interactions thermodynamiques se produisent lorsque la colle se met en contact direct avec le substrat permettant ainsi la création des interactions interatomiques et intermoléculaires entre les deux surfaces. Les forces mises en jeu sont des

forces de type Van der Waals [43]. Ces forces sont de valence secondaire (faible énergie). Les interactions chimiques se traduisent par des réactions donnant lieu à des liaisons de valence primaire qui mettent en jeu des énergies très importantes. Les interactions chimiques qui peuvent être présentes au niveau de l'interface d'un collage sont des liaisons de types covalentes, ioniques ou bien acido-basiques.

2. Théorie de l'énergie libre de surface

2.1. Énergie libre de surface

La molécule est la structure de base de la matière. Au sein d'un matériau la molécule interagit dans toutes les directions avec les autres molécules qu'ils l'entourent. Cependant, près de la surface, la molécule ne subit que les interactions des molécules présentes au sein du matériau. Par conséquent, il existe autour de la molécule un champ de force dont la résultante varie en fonction de la position de cette dernière dans le matériau. A l'intérieur du matériau, la résultante des forces d'interaction qui entourent la molécule est nulle par symétrie. Toutefois, en s'approchant de la surface, l'équilibre n'est plus satisfait comme cela est illustré dans la Figure 2 et la molécule est sollicitée de l'extérieur vers l'intérieur du matériau. Les molécules présentes au niveau de la surface sont alors dans un état énergétique différent de celles présentes au sein du matériau. Par conséquence chaque matériau possède au niveau de sa surface une énergie abandonnée dite énergie libre de surface. Cette énergie est générée par les forces poussant les molécules de la surface vers l'intérieur. Cette dernière traduit les interactions thermodynamiques susceptible à se créer au niveau d'une surface nouvellement créée. L'énergie libre de surface peut être déterminée par un test de mouillabilité. Ce test consiste à mesurer l'angle de contact d'au moins deux liquides de natures différentes (polaire et apolaire).

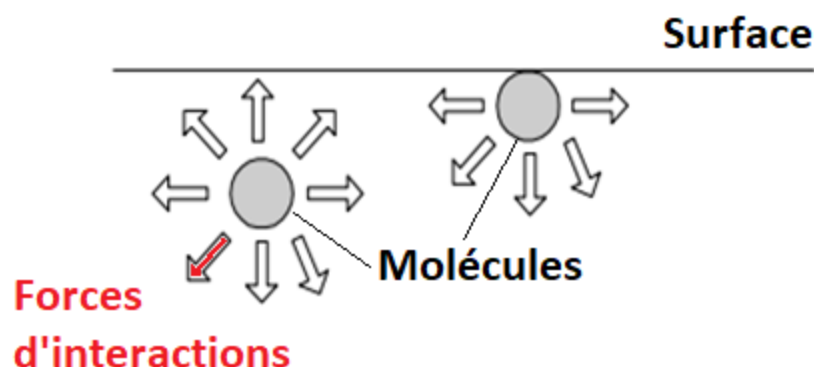


Figure 2: État énergétique des molécules suivant leur position dans le matériau.

2.2. Angle de contact

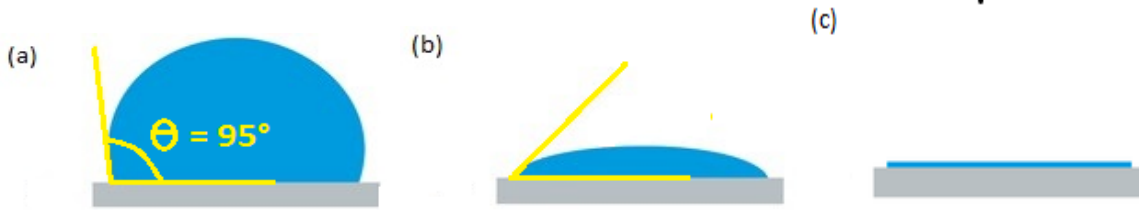


Figure 3: Angle de contact (a) d'une surface hydrophobe, (b) d'une surface partiellement mouillée, (c) d'une surface hydrophile.

Lorsqu'une goutte d'un liquide est déposée sur une surface, elle prend la forme d'une calotte sphérique. L'angle créé au niveau de l'interface solide-liquide (Θ) est appelé angle de contact ou angle de connexion (Figure 3). Cet angle décrit l'intersection des interfaces des différentes phases des matériaux en contact. Si $\Theta > 90^\circ$ (Figure 3a), alors le solide possède de très faibles propriétés de mouillage. Dans ce cas la surface est dite hydrophobe. Si $\Theta < 90^\circ$ (Figure 3b), le liquide mouillera partiellement la surface. Si Θ s'approche de 0° (Figure 3c), un mouillage complet se produit. Dans ce cas la surface est dite hydrophile. Plus l'angle est faible, plus la mouillabilité est grande et plus les interactions intermoléculaires entre les molécules présentes au niveau de la surface du liquide et du substrat sont importantes.

2.3. Modèle d'Owens-Wendt à deux composantes

Le modèle d'Owens-Wendt [43, 74] est un modèle de calcul à deux composantes qui consiste à répartir l'énergie libre de surface d'un solide (γ_s^t) en une composante polaire (γ_s^p) (liée aux interactions thermodynamiques tels que les liaisons hydrogène et les forces de Debye) et une composante dispersive (γ_s^d) (liée aux forces de London) comme cela est illustré dans l'équation 1.

$$\gamma_s^t = \gamma_s^p + \gamma_s^d \quad (1)$$

La théorie de l'énergie libre de surface est basée sur deux équations fondamentales, l'équation de Good (Eq 2) et l'équation de Young (Eq 3).

-Équation de Good (2) [74] :

$$\gamma_{sl}^t = \gamma_s^t + \gamma_l^t - 2 \times \sqrt{\gamma_l^d \gamma_s^d} - 2 \times \sqrt{\gamma_l^p \gamma_s^p} \quad (2)$$

γ_{sl}^t est la tension inter-faciale entre le solide et le liquide, γ_l^t est l'énergie libre de surface de liquide, γ_l^p est la composante polaire de l'énergie libre de surface de liquide et γ_l^d est la composante dispersive de l'énergie libre de surface.

-Équation de Young (3) [74] :

$$\gamma_s^t = \gamma_{sl}^t + \gamma_l^t \cos \theta_l \quad (3)$$

θ_l est l'angle de contact de liquide.

Owens et Wendt ont combiné les deux équations 2 et 3 afin de produire l'équation 4 :

$$\gamma_l^t (1 + \cos(\theta)) = 2\sqrt{\gamma_l^p \gamma_s^p} + 2\sqrt{\gamma_l^d \gamma_s^d} \quad (4)$$

L'équation 4 possède une forme linéaire : $Y = \sqrt{\gamma_s^p} X + \sqrt{\gamma_s^d}$ (5)

Avec $X = \sqrt{\frac{\gamma_l^p}{\gamma_l^d}}$ (6) et $Y = \frac{\gamma_l^t (1 + \cos(\theta))}{2\sqrt{\gamma_l^d}}$ (7)

La pente au carré de la droite linéaire de l'équation 5 présente la composante polaire de l'énergie libre de surface et l'ordonnée à l'origine au carré de cette droite présente la composante dispersive de l'énergie libre de surface. Pour pouvoir tracer cette droite et déterminer ces deux composantes et donc l'énergie libre de surface d'un matériau, il nous faut au moins deux points A(X1, Y1) et B(X2, Y2) dont X et Y sont présentés respectivement dans les équations 6 et 7. Dans ces équations, nous trouvons que X et Y sont exprimés en fonction de l'énergie libre, la composante polaire, la composante dispersive et l'angle de contact d'un liquide. Nous pouvons alors conclure que afin d'estimer l'énergie libre de surface d'un solide, il faut mesurer l'angle de contact d'au moins deux liquides de nature différente, dont l'énergie libre de surface et ses composantes polaires et dispersives sont connues. Chaque liquide va nous fournir un point et à partir de ces points nous allons pouvoir caractériser la droite exprimée dans l'équation 5 et estimer l'énergie libre de surface du matériau. Avec la modèle d'Owens-Wendt, nous utilisons généralement l'eau distillée (liquide polaire) et l'iodure de méthylène (liquide apolaire) pour les mesures de l'angle de contact et la détermination de l'énergie libre de surface [74].

3. Mise en œuvre du collage des métaux

A l'état brut, les métaux présentent généralement une surface modifiée par rapport au cœur. En partant de la surface vers le cœur du métal, nous avons plusieurs zones. Une zone contaminée par les polluants extérieurs issus de l'environnement, qui sont liés physiquement ou chimiquement à la surface. Une deuxième zone qui est transformée chimiquement, en particulier par conversion superficielle du métal en oxyde ou encore en sel par début de corrosion ainsi qu'une zone altérée physiquement par déformation du type laminage/écrouissage et chimiquement par des composantes qui ont pu migrer du cœur vers la surface. Les principaux objectifs de la préparation de surface avant le collage est la décontamination de cette dernière, l'élimination de la couche d'oxyde et l'amélioration des qualités d'adhésion de surface telles que la rugosité, la mouillabilité et l'énergie libre de surface. La procédure de préparation de surface est composée de plusieurs étapes qui diffèrent d'un matériau à un autre. La surface doit être nettoyée puis traitée avec des traitements mécaniques, chimiques ou électrochimiques. La combinaison des différents traitements de surface est possible afin d'améliorer d'avantage les propriétés du collage des substrats.

3.1. Dégraissage

Le dégraissage est un procédé de nettoyage qui consiste à éliminer tout agent contaminant déposé à la surface. Cette étape est nécessaire pour garantir l'efficacité de tout prétraitement chimique ou bien mécanique appliqué sur la surface. Le dégraissage peut être mis en œuvre manuellement ou à travers des machines spécialisées. Le degré de nettoyage d'une surface a un effet sur sa mouillabilité et la résistance du collage structural surtout que la présence des monocouches des contaminants peut éventuellement limiter la pénétration de la colle dans les microcavités de la surface. Le type de dégraisseur choisi a un impact sur la durabilité du collage [94].

3.2. Traitement mécanique

Les traitements mécaniques de surface sont des opérations mécaniques qui ont pour conséquence de modifier la topographie et la rugosité de surface des matériaux afin d'améliorer ses qualités d'adhésion et de l'adapter à des conditions d'assemblages données. Il existe des traitements mécaniques par abrasion tel que le sablage et le polissage [35, 36, 39, 41-43, 50-62, 91] qui sont abordable et qui génèrent des surfaces avec une topographie non-homogène [12, 57] et des traitements mécaniques sophistiqués tel que le laser [35,46, 47, 48, 49] qui génère des surfaces avec un profil et une rugosité contrôlée.

3.3. Traitement chimique

Afin d'améliorer les qualités d'adhésion chimiques de la surface, des composants bi-fonctionnels X-R-Y sont utilisés. On les appelle agents de couplage ou promoteurs d'adhérence. Ces produits chimiques renforcent les interactions chimiques de forte énergie entre un matériau organique et un autre inorganique. Le composé peut être inséré sous forme d'additif dans la formulation de l'adhésif ou bien appliqué directement sur la surface du substrat. Les silanes sont les promoteurs d'adhérence les plus fréquemment utilisés avec une structure générale $X_3Si(CH_2)_nY$ [43]. La fonction X du primaire se lie au substrat et la fonction Y se lie à l'adhésif. Il existe plusieurs type de silanes qui diffèrent par leur fonction Y [39].

4. Traitement mécanique par sablage

4.1. Effet du traitement de sablage

Le sablage est un traitement mécanique de surface qui consiste à projeter des particules minérales où bien métalliques de grande dureté sur la surface d'un matériau (Figure 4) afin d'éliminer les couches contaminées et d'améliorer les qualités d'adhésion de la surface en modifiant ses propriétés mécaniques tels que la rugosité et le profile géométrique [50-54] et thermodynamique tels que la mouillabilité et l'énergie libre de surface [51, 53, 54].

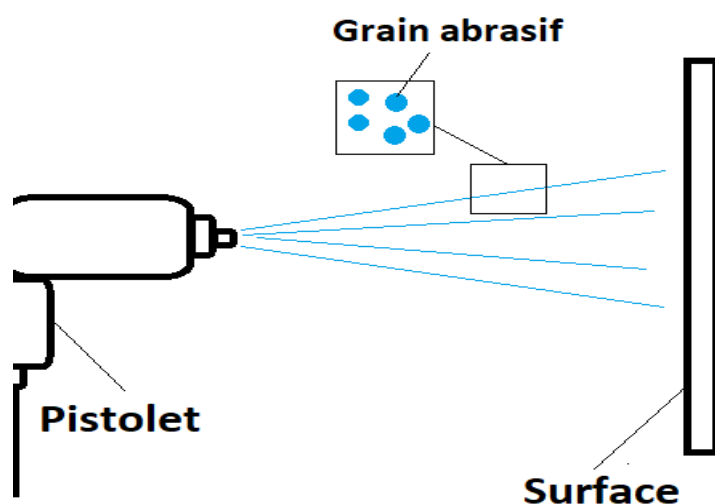


Figure 4: Traitement mécanique par sablage.

Dans certains cas, ce traitement peut modifier la composition chimique de la surface [55], la structure cristalline du matériau [56-59], sa micro-rigidité [58, 60], son coefficient de dilatation thermique [58, 59], sa résistance [56, 57] ou encore la microstructure proche de la surface [58]. Nombreuses recherches ont démontré l'efficacité du traitement de sablage sur

les aciers [55, 58, 59], les alliages d'aluminium et de titane [50, 52, 53, 55, 60], les céramiques [41, 50, 58, 59], les prothèses dentaires [62], les polymères et les composites [10, 35, 36, 37, 39]. Toutefois, dans certains cas le traitement de sablage peut altérer la résistance du collage structural [40, 67], ou encore engendrer la création de défauts au niveau de la surface traitée [57, 68]. L'effet de traitement de sablage dépend de la nature du matériau traité [54, 61] et les paramètres de sablages choisis tels que la nature du sable [51, 53] et sa forme et sa granulométrie [51, 54, 61], la pression [51-54, 57], l'angle [50], la distance [50, 57, 58] et la durée de sablage [1, 12]. Appliquer la même méthode de sablage sur deux matériaux différents ne génère pas le même état de surface [36, 55, 56].

4.2. Effet des paramètres de sablage sur l'aspect physique et chimique de la surface

Plusieurs chercheurs ont étudié l'effet des paramètres de sablage choisis pour le traitement sur les qualités d'adhésion de la surface traitée. Rudawska et al. [51] ont étudié l'effet de la variation de la pression de sablage et la nature du sable sur la rugosité et l'énergie libre de surface de l'acier carboné. Khan et al [52] ont étudié l'effet de la variation de la pression de sablage sur l'adhésion de la résine sur le titane. L'effet de la variation de la granulométrie de sable sur l'adhésion des collages composite/titane était étudié par Watanabe et al. [61]. Ho et al. [50] ont étudié l'effet de l'angle et la distance de sablage sur l'adhésion des collages polymère/zircone et polymère/titane. Okada et al. [57] ont étudié l'effet de la distance et la pression de sablage sur la structure cristalline et la rugosité de surface de la zircone. Li et al. [59] ont étudié l'effet de la pression de sablage et la granulométrie du sable sur les propriétés d'adhésion des alliages d'aluminium. Mukai et al. [54] ont étudié l'effet de la durée de traitement de sablage sur les propriétés thermodynamiques des alliages de Nichrome et Ag-Pd. Harris et Beevers [55] ont étudié l'effet de la granulométrie et la nature du sable sur la rugosité et la composition chimique de la surface de l'acier et des alliages de titane.

Le sable en aluminium est le matériau abrasif le plus utilisé dans le traitement de sablage des métaux [39, 53-55, 57, 61]. En revanche, Rudawska et al. [51] ont montré que le sablage par le sable de verre donne des résultats intéressants en ce qui concerne la rugosité et l'énergie libre de surface [51]. Plusieurs recherches [54, 55, 57, 59, 61] ont démontré que la rugosité de surface traitée par sablage dépend de la granulométrie, la nature et la forme de sable choisi. Dans ces études, la rugosité de la surface augmentait en fonction de l'augmentation de la taille des grains de sable. Une étude réalisée par Khan et al. [52] a révélé que le traitement de sablage de titane avec un matériau abrasif de faible granulométrie génère des surfaces

homogènes. D'après Harris et Beevers [55], les résidus du sable engendrés par le traitement de surface par sablage de l'acier et l'alliage de titane dépendaient de la taille et de la nature du sable choisi pour le traitement.

Dans la plus part des travaux de recherche [41, 51-54, 56, 75, 61, 76] nous trouvons que la pression de sablage varie entre 1 et 7×10^5 Pa. Tout dépend de la nature du matériau traité et la distance de traitement choisi. Dans ces études, plus la pression de sablage était importante plus les surfaces générées étaient rugueuses. Une étude réalisée par Mukai et al. [54] a révélé que la mouillabilité de la surface des alliages de Nichrome et Ag-Pd augmentait en augmentant la pression de sablage, Harris et Beevers [55] ont prouvé le contraire pour l'acier et l'alliage d'aluminium. Par conséquent, l'impact du traitement de sablage ne dépend pas uniquement des paramètres de sablage choisis mais aussi de la nature et des propriétés intrinsèques du matériau.

L'angle de sablage le plus utilisé dans les recherches scientifiques est 90° [51, 53, 56, 76]. Toutefois, un angle de 75° et de 45° étaient utilisés pour le traitement de sablage dans certaines études [55, 60, 91]. Malheureusement, ces choix n'étaient pas justifiés dans ces travaux. Une étude réalisée par Ho et al. [50] a révélé que les éprouvettes traitées avec un angle de sablage de 75° présentaient une collabilité plus importante que les éprouvettes traitées avec des angles de 30° , 45° , 60° ou bien 90° .

Tandis qu'il n'y a pas une durée de traitement de sablage standard, l'étendue d'un tel traitement a un impact sur les propriétés de la surface traitée. Une recherche réalisée par Mukai et al. [54] a révélé que la mouillabilité et l'énergie libre de surface des alliages de Nichrome et Ag-Pd augmente en augmentant la durée de sablage. Cependant, Wang et al. [60] ont rapporté qu'une augmentation de la durée de traitement de sablage peut altérer la surface et engendrer des pertes des masses importantes.

4.3. Traitement de sablage suivi d'un primaire de surface

Bien que le traitement mécanique par sablage favorise l'ancrage mécanique et améliore les interactions thermodynamiques au niveau de la surface, un traitement chimique par un primaire ou un agent de couplage reste une étape importante afin d'améliorer les propriétés chimiques de la surface. L'application d'un primaire de surface après un traitement de sablage est généralement recommandée afin d'améliorer d'avantage l'aptitude du collage de certains matériaux. Vuuren et al. [40] étudiaient l'effet d'un traitement mécanique par sablage

accompagné d'une application d'un primaire de surface sur la durabilité et l'adhésion de la zircone au composite. Dans cette étude, la zircone traitée par sablage et par primaire de surface présentait une adhésion plus durable au composite que la zircone traitée soit par sablage soit par primaire de surface. Une étude réalisée par Yuna et al. [41] a révélé que le traitement de sablage avait un effet plus important sur la durabilité des collages PTFE-Zircone que le traitement par primaires de surface et que l'effet de la combinaison de ces deux traitements dépendait principalement de la nature de primaire de surface appliqué.

5. Adhésifs les plus utilisés

Les adhésifs les plus employés dans les collages structuraux sont :

-Les époxydes sous forme de films, de pâtes ou de liquides mono ou bi-composants

Les résines époxydes sont les colles structurales typiques pour l'aérospatial (structures nid d'abeilles et composites), la construction automobile (sertis de portes) et l'électronique (colles conductrices).

-Les acryliques anaérobies

- Les cyanoacrylates sont des adhésifs thermoplastiques qui conviennent très bien au collage des plastiques et des polymères. Les colles cyanoacrylates sont destinées principalement pour les assemblages de petites pièces et des matières plastiques.

- Les anaérobies, thermodurcissables, qui ont leurs principales applications en mécanique.

- Les acryliques modifiés, qui permettent d'obtenir des produits résistants au cisaillement ou plus résilients. Dans cette famille, des progrès importants ont été réalisés dans les colles photo-réliculables, que ce soit aux UV ou à la lumière visible, et à systèmes de réticulation mixte (température, anaérobie, UV, durcisseur).

- Les polyuréthanes (mono ou bi composants) sont des colles destinées pour le collage semi-structural de grandes surfaces et/ou de matériaux différents. Les polyuréthanes sont des colles les plus progressées ces dernières années grâce à un rapport qualité/prix avantageux.

- La silicone est utilisée pour le collage du verre sur d'autres matériaux

- Les adhésifs thermo-fusibles et rubans adhésifs double face utilisés pour des applications semi-structurales diverses.

- Les thermostables (polyamides) pour les applications à températures élevées :
- Les polyamides ont une meilleure tenue thermique que la plupart des thermofusibles, combinée à de meilleures propriétés mécaniques ceux-ci conviennent donc pour des applications plus sollicitées mécaniquement, comme par exemple dans l'automobile.
- Les phénoliques sont des colles modifiées par des caoutchoucs synthétiques et souvent présentées sous forme de films calibrés, servent au collage des métaux, rivetage, frettage, sertissage, clichage...

6. Caractérisation mécanique des assemblages

En service, les assemblages collés sont soumis à trois types de contraintes: les contraintes mécaniques, les variations de température et de l'humidité. Ces conditions de fonctionnement sont des facteurs de diminution de la tenue mécanique des assemblages et de perte de la fonction d'adhérence. Pour évaluer la durabilité du collage d'un assemblage structural, il est nécessaire d'évaluer mécaniquement l'adhérence entre le substrat et l'adhésif. En appliquant une force sur les substrats afin de séparer le joint collé, trois types de rupture peuvent se produire. Une rupture de type cohésive qui se produit au niveau des substrats ou bien de la colle, une rupture adhésive qui prend place au niveau de l'interface substrat-colle et une rupture dite mixte qui est une combinaison des deux (cohésive et adhésive). La Figure 5 représente les différents modes de rupture possibles pour un collage béton/composite [44].

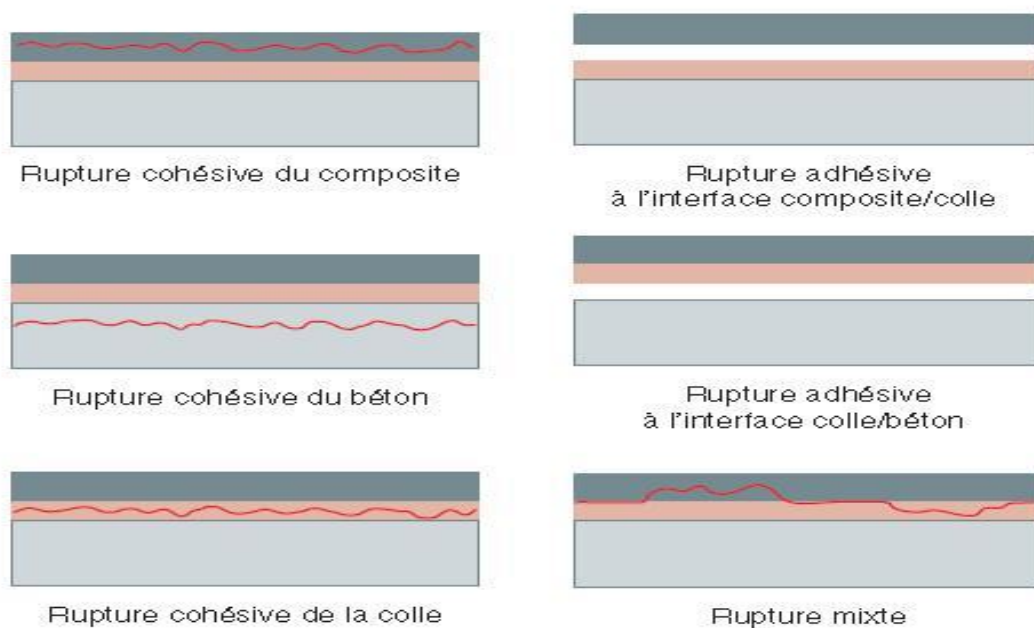


Figure 5: Différents modes de rupture pour un collage béton/composite [44].

Il existe classiquement deux approches pour caractériser la tenue mécanique d'un assemblage par collage:

- la mesure d'énergie de rupture où cette dernière intervient à partir d'un défaut artificiel.
- la mesure de contrainte de rupture où la rupture intervient sans ajout de défaut à la structure.

Ces deux approches sont détaillées dans la section 6.1 et 6.2.

6.1. Etude de fissuration

6.1.1. Test en mode I

Clivage en coin [45]

Pour la détermination de l'énergie de rupture, la sollicitation en mode I est fréquemment utilisée. Les méthodes de sollicitation en mode I les plus courantes sont celles par clivage. Les essais de clivage mesurent la résistance d'un joint collé à vitesse de sollicitation nulle. La sollicitation en mode I permet de visualiser l'avancement de fissure durant le vieillissement et de relier ainsi l'énergie de rupture, en général inter-faciale, au vieillissement des assemblages. Le test de clivage consiste à enfoncer un coin dans un joint composé de deux plaques de substrat plan (Figure 6) et à placer ce joint dans une atmosphère agressive. Ensuite la propagation de la fissure est mesurée en fonction du temps. L'évolution de la longueur de cette fissure permet alors de caractériser la durabilité du collage. Plus la longueur de fissure est grande, plus la durée de vie du joint adhésif est faible.

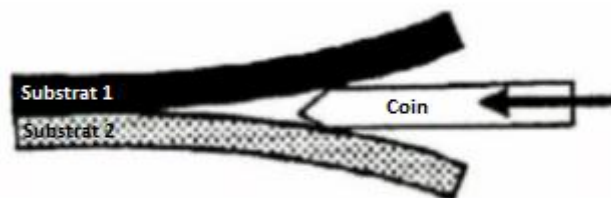


Figure 6: Eprouvette - essai de clivage en coin.

Double éprouvette en porte-à-faux (DCB) [63]

Le test double éprouvette en porte-à-faux est un test à force imposée comme cela est illustré dans la Figure 7. Le déplacement de l'ouverture du joint et la charge appliquée sont enregistrés pour déterminer le taux de restitution de l'énergie critique en mode I, G_{IC} . Les tests DCB et TDCB sont considérés comme les tests de mesure de l'énergie de rupture les plus précis et les plus performants, même s'ils ont un certain coût et ne sont pas faciles à mettre en œuvre. Ce test permet d'évaluer la résistance du collage à la rupture ainsi que la résistance à la propagation de la fissure. Ces mesures peuvent être effectuées avant, pendant ou bien après le vieillissement des éprouvettes. Ce sont donc des essais accélérés qui peuvent aider à prédire la durée de vie des assemblages collés.

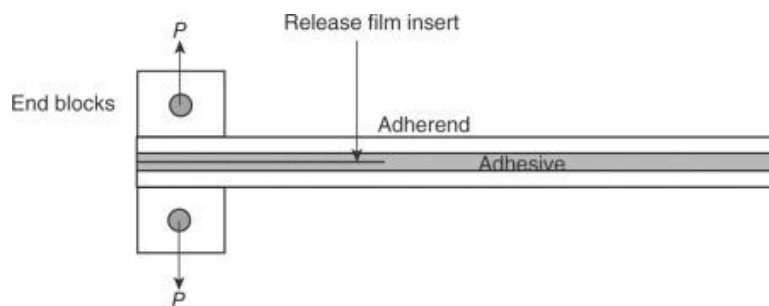


Figure 7: Epreuve - essai de DCB.

6.1.2. Test en mode II et modes mixtes [63, 64, 66]

Afin de caractériser le comportement de l'assemblage en mode II, il existe aussi différents tests. Le plus répandu est le test ENF (End Notched Flexure) qui consiste à solliciter une éprouvette en flexion trois points (Figure 8). Des variantes de ces tests existent pour solliciter l'assemblage sous différents modes de rupture, tels que MMF (mixed mode flexure) et CLS (Crack Lap Shear).

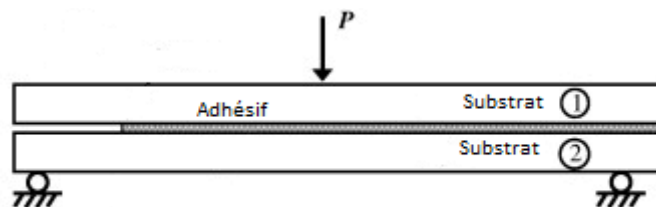


Figure 8: Epreuve - essai ENF.

6.2. Etude du comportement mécanique jusqu'à rupture

Contrairement à l'étude de la fissuration qui s'appuie sur des critères énergétiques globaux pour décrire la propagation de la fissure existante, la mécanique de l'endommagement intervient au niveau des matériaux afin de déceler l'amorçage et le développement de zones endommagées. L'endommagement d'un assemblage collé peut être défini comme sa détérioration plus ou moins progressive due à l'apparition et à la propagation de diverses dégradations. Ces dégradations peuvent être par exemple des microfissures ou des microvides. Un endommagement est provoqué par l'état de contrainte local et il s'amorce généralement à partir de défauts résultant de la mise en œuvre. Il existe plusieurs tests mécaniques qui permettent de solliciter une structure de façon homogène ou quasi homogène jusqu'à la rupture. Les essais de traction et cisaillement des joints à simple recouvrement sont les essais les plus utilisés.

Cisaillement à simple recouvrement (Single lap shear joint) [80, 81]

Le test de cisaillement à simple recouvrement est un test mécanique classique, rapide et largement utilisé dans l'industrie. L'objectif de ce test est d'avoir une première information sur la tenue mécanique des assemblages. Cependant, la sollicitation n'est pas un cisaillement pur car le fléchissement du substrat introduit un moment de flexion à l'extrémité du joint de colle ceci est globalement dû au fait qu'il est techniquement difficile d'assurer une symétrie parfaite de l'échantillon. Même le joint à double recouvrement entraîne une déformation des substrats pendant l'essai.

Cisaillement à double recouvrement (double lap shear joint) [64]

Pour le système « Double Lap shear », l'assemblage de 3 substrats (Figure 9) augmente la rigidité du montage et réduit les efforts de flexion présente dans le test de « single lap shear joint ». Le double recouvrement permet, de par sa symétrie, de réduire les contraintes normales au sein de l'adhésif [8]. Cependant, il existe toujours des moments de flexions internes.

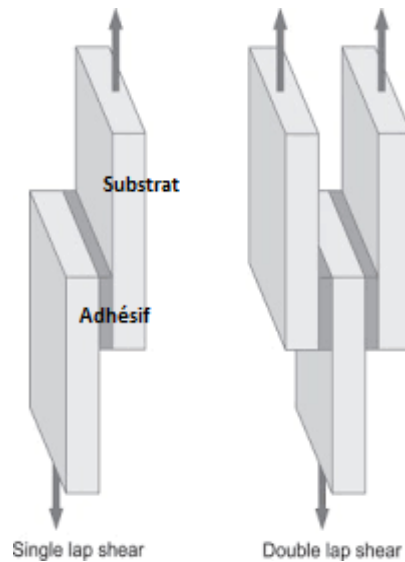


Figure 9: Eprouvettes des tests SLJ et DLSJ.

Essai Arcan [65]

Le montage Arcan est généralement constitué de deux demi-disques en acier réunis par une éprouvette parallélépipédique collée. Ce montage permet d'appliquer des combinaisons de contrainte cisaillement - traction sur les assemblages. Les disques contiennent des trous permettant de définir l'angle de sollicitation (Figure 10). Selon cet angle, différents états de contraintes bi-axiales peuvent être obtenus. L'inconvénient majeur de ce test est l'alignement puisque la moindre rotation de l'éprouvette entraîne des erreurs de mesure importantes.

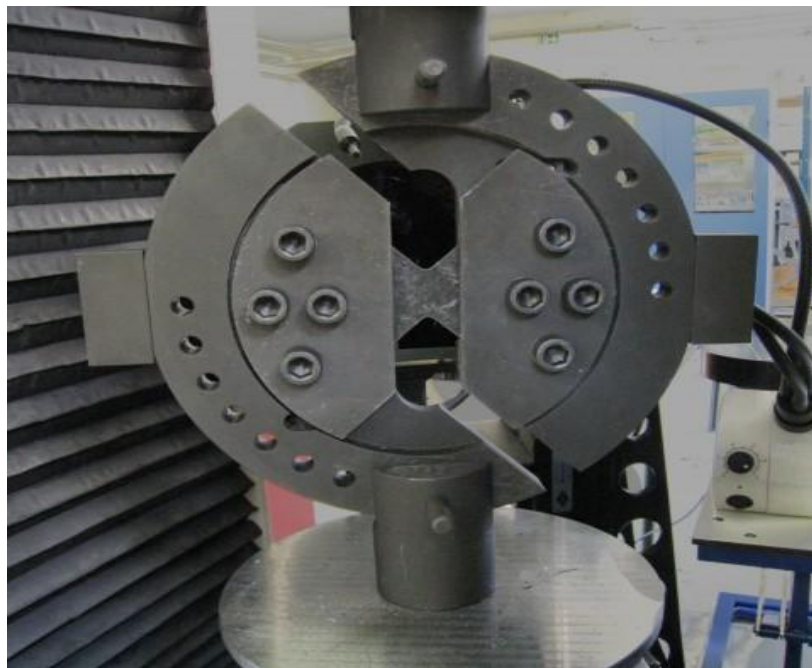


Figure 10: Montage essai Arcan.

IV. Conclusion

Dans ce chapitre, une recherche bibliographique sur les matériaux bio-composites, leurs propriétés physiques et chimiques, les domaines de leur application et les avantages et les limitations de leur utilisation, a été établie. Une investigation sur les propriétés d'adhésion de ces derniers à l'état brut ainsi que celles des métaux, était par la suite réalisée. Cette recherche a révélé que les surfaces des matériaux possèdent, à l'état brut, des faibles aptitudes d'adhésion. A cet effet, différents traitements de surface étaient également présentés dans ce chapitre. Une procédure de préparation spécifique pour chaque matériau, semble être nécessaire afin d'améliorer ses qualités d'adhésion. Avant d'identifier le traitement de surface approprié pour les matériaux présélectionnés pour ce travail de recherche, une caractérisation de leur surface à l'état brut fera le sujet du chapitre suivant.

Chapitre 2 - Caractérisation des matériaux

Comme première étape, nous avons procédé, dans ce chapitre, à caractériser les substrats et leurs surfaces à l'état brut. En premier temps, une analyse chimique du cœur et de la surface de l'acier galvanisé a été réalisée afin de caractériser ce matériau ainsi que sa procédure de galvanisation. Ensuite, une évaluation des propriétés physiques de la surface, tel que la rugosité, la mouillabilité et l'énergie libre de surface, de l'acier et du composite non-traité a été établie. Finalement, une étude de la mouillabilité de la colle, utilisée pour l'assemblage, par rapport à l'acier et au composite a été mise en place.

I. Caractérisation de l'acier galvanisé

L'acier galvanisé utilisé dans cette thèse possède un module de Young de 200 ± 3 GPa et un coefficient de poisson de 0.3. Dû à l'insuffisance des informations communiquées par le fournisseur concernant ce matériau, des essais supplémentaires étaient réalisés afin de caractériser ce dernier et d'identifier la procédure de galvanisation appliquée ainsi que l'épaisseur de la couche de zinc.

1. Analyse de la composition chimique

L'analyse de la composition chimique du cœur et de la surface de l'acier galvanisé était faite à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) de type JOEL JSM 6010 PLUS/LA et son spectromètre dispersif en énergie (SDE). Des coupes transversales de l'acier étaient enrobées à chaud avec de la résine conductrice de type STRUERS-POLYFAST (Figure 11). La surface de ces éprouvettes était, par la suite, pré-polie avec des papiers abrasives en carbure de silicium PA-SiC 320, PA-SiC 1000, PA-SiC 2000 et PA-SiC 4000, puis polie avec des papiers abrasives en suspensions diamantées SD 3 μm , SD 1 μm et SD 0.1 μm et finalement nettoyée et séchée avec de l'éthanol. Trois éprouvettes étaient consacrées pour cette analyse et 3 mesures de composition chimique étaient prélevées de chaque éprouvette.



Figure 11: Une coupe transversale de l'acier galvanisé enrobée avec de la résine STRUERS-POLYFAST.

La Figure 12 illustre un cliché MEB typique de l'échantillon en acier, l'image est prise en cœur du matériau.

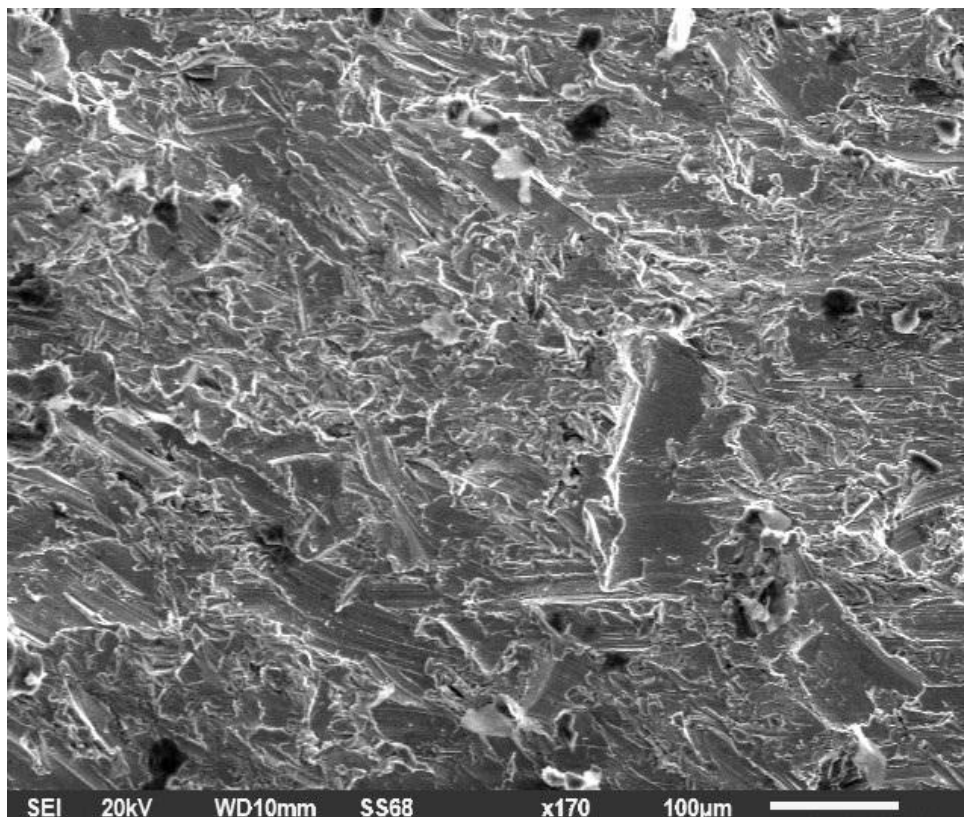


Figure 12: Image MEB du corps de l'acier galvanisé $\times 170$, 20 KV.

Le Tableau 1 présente la composition chimique de l'acier. Ce dernier est composé principalement du Fer (Fe) avec des faibles pourcentages en Manganèse (Mn), en Silicium (Si) et en Phosphore (P). D'après la norme UNE-EN-ISO 1461 [69] et pour un pourcentage de 0.03 ± 0.01 en masse de silicium (Si) et 0.04 ± 0.01 en masse de phosphore (P), nous pouvons conclure que notre matériau a suivi une procédure de galvanisation à chaud de classe 2.

Tableau 1 : Composition chimique du cœur de l'acier galvanisé.

Élément chimique	Fe	Mn	Si	P
Masse (%)	99.68 ± 0.01	0.25 ± 0.01	0.03 ± 0.01	0.04 ± 0.01

Le carbone est l'un des principales composantes chimiques de l'acier. La micrographie MEB ne permet pas de déterminer la valeur exacte de son pourcentage. Par conséquent, un examen de la microstructure de l'acier est nécessaire afin d'estimer cette valeur et d'identifier ainsi la nature de l'acier. Pour se faire, les mêmes éprouvettes utilisées pour l'analyse de la composition chimique ont subi une attaque chimique pendant 3 secondes en utilisant un mélange de 98 ml d'éthanol et 2 ml d'acide nitrique dans le but de révéler la microstructure de l'acier. Ces éprouvettes étaient visualisées, par la suite, avec un microscope optique ZEISS Axiotech HALL 100 en utilisant un agrandissement $\times 50$. Comme cela est illustré dans la Figure 13, l'acier contient des zones blanches qui présentent la ferrite α et des zones noires qui présentent la perlite. La microstructure présentée dans la Figure 13 correspond à la microstructure de l'acier hypo-eutectoïde avec un pourcentage de carbone qui ne dépasse pas 0.77 %. En tenant compte de la faible présence de perlite, un pourcentage de 0.03 ± 0.01 % de carbone peut être estimé. Par conséquent notre matériau fait partie des aciers doux.

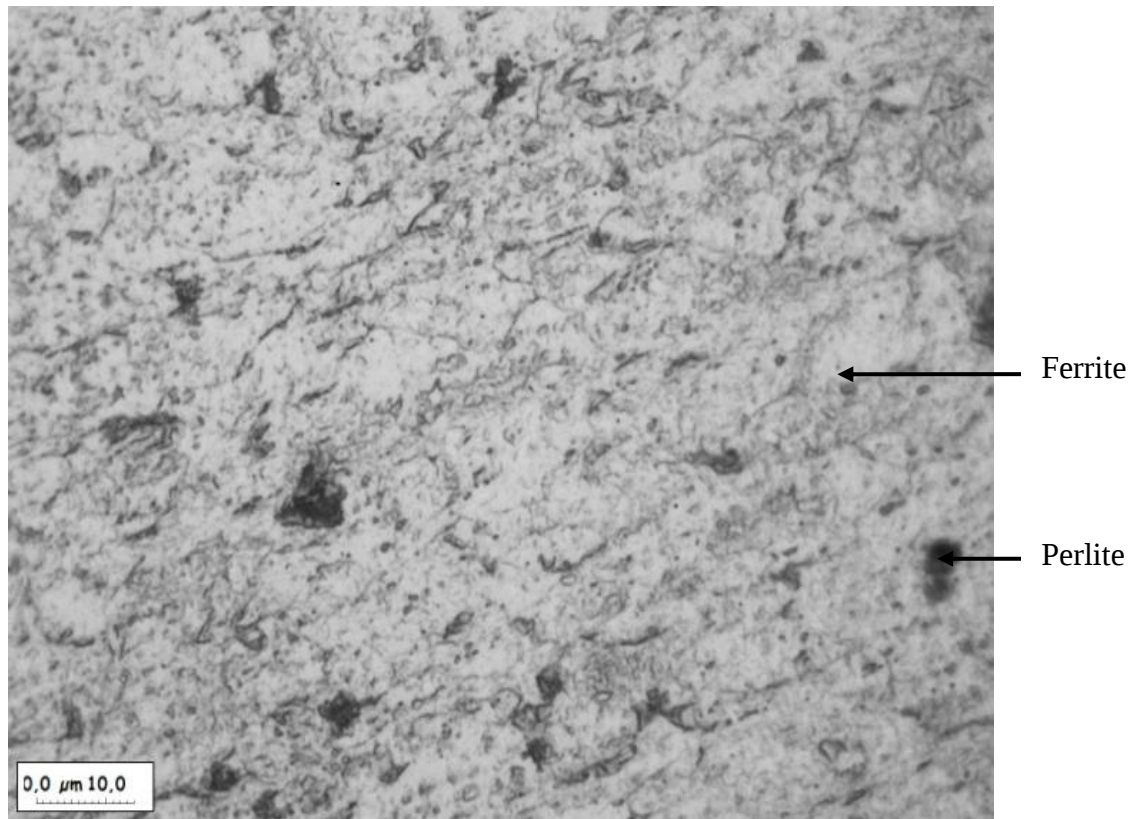


Figure 13: Image optique de la microstructure de l'acier $\times 50$.

2. Caractérisation de la surface de l'acier galvanisé

2.1. Analyse de la composition chimique de la surface de l'acier galvanisé

Trois éprouvettes en acier galvanisé brut étaient nettoyées avec de l'éthanol et soumises à une analyse de la composition chimique de leurs surface en utilisant le même MEB cité dans la section I.1 de ce chapitre. Trois mesures de composition chimique étaient prélevées par éprouvettes avec une surface d'évaluation de $258 \times 1278 \mu m^2$. Les résultats de cette analyse sont illustrés dans le Tableau 2. Dans la section I.1., nous avons découvert que notre acier a subi une galvanisation à chaud de classe 2. Cela veut dire que l'acier a été immergé dans un bain de zinc fondu. Cette action génère la création de différentes couches superficielles (Figure 14). Les premières couches formées présentent des alliages fer-zinc. En allant de l'acier jusqu'à la dernière couche, le pourcentage en masse du fer diminue et le pourcentage en masse de zinc augmente. La dernière couche formée contient 100% de zinc. Cette couche est dite la couche η . Toutes ces couches présentent le revêtement de zinc. Comme nous voyons dans le Tableau 2, nous sommes bien dans la couche η puisque nous avons 0% en masse de fer. Toutefois, nous remarquons que le pourcentage de zinc est de 72% et nous notons la présence d'autres éléments chimiques tels que l'oxygène (O), le silicium (Si) et l'aluminium (Al).

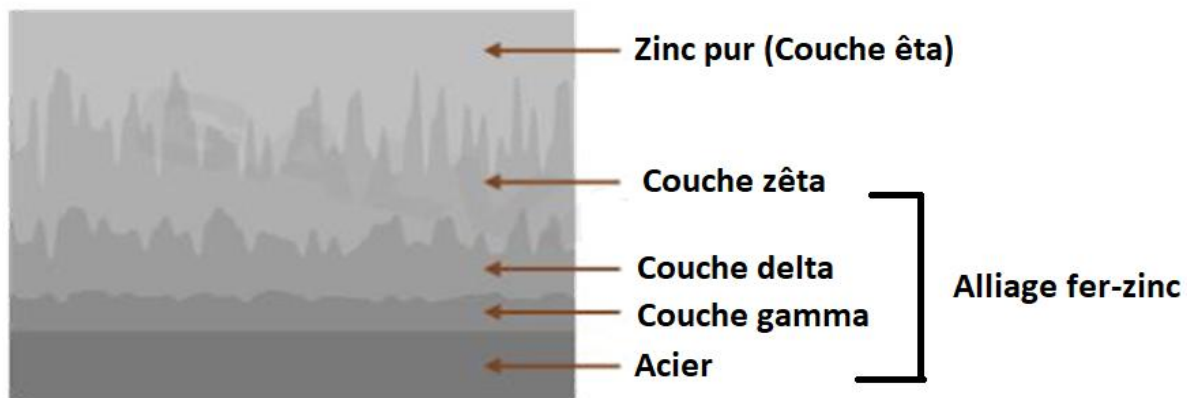


Figure 14: Revêtement de zinc d'un acier qui a subi une galvanisation à chaud.

L'oxygène (O) présent le 1/4 de la composition chimique de la surface. Nous pouvons alors conclure que la surface de l'acier galvanisé contient des zones oxydées. Le silicium (Si) et l'aluminium (Al) sont des impuretés générées par la procédure de galvanisation [69]. Ces impuretés sont présentes au niveau de la surface sous formes des stries et des zones gris foncé comme cela est illustré dans la Figure 15.

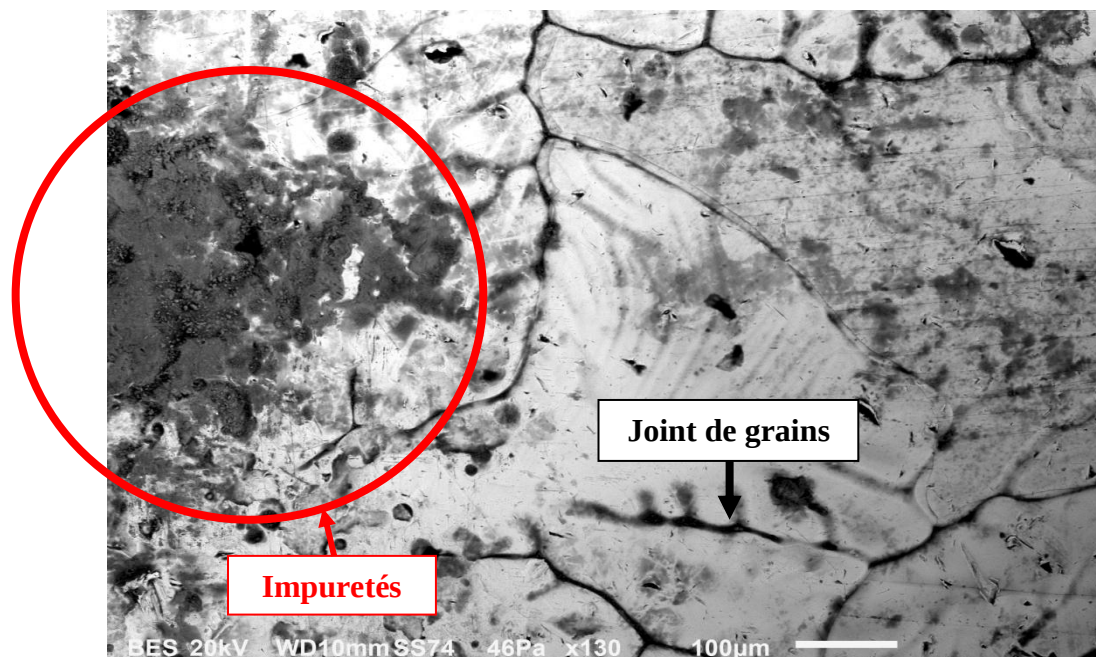


Figure 15: Image MEB de la surface de l'acier galvanisé $\times 100$.

Tableau 2: Composition chimique de la surface de l'acier galvanisé.

Elément chimique	Zn	O	Si	Al
Masse (%)	72.21 ± 0.04	24.06 ± 0.50	0.90 ± 0.30	2.83 ± 0.10

2.2 Évaluation de la rugosité de surface

La rugosité de la surface de l'acier galvanisé brut était évaluée en utilisant un Surf-scan mécanique HOMMEL-ETAMIC T8000. En se basant sur les normes EN ISO 4288 [70], NF 10049 [72] et ISO 3274 [73], les mesures de rugosité étaient prises avec une vitesse $V = 0.5$ mm/s, une force $F = 1$ mN, une coupure $\lambda_c = 0.8$ et une longueur d'évaluation $l = 4$ mm ($5 \times \lambda_c$). La distance de séparation entre deux mesures était de 0.5 mm. Les paramètres de rugosités illustrés dans le Tableau 3 étaient prélevés à partir de 5 éprouvettes. Neuf mesures par paramètres étaient estimées pour chaque éprouvette.

Tableau 3: Paramètres de rugosité évalués - ISO 4287 [71].

Ra	Rugosité moyenne de la surface
Rz	Hauteur maximale du profile
Rp	Hauteur maximale des pics
Rv	Profondeur maximale des vallées

Les résultats des mesures de la rugosité de surface de l'acier galvanisé sont donnés dans le Tableau 4. En se basant sur ce tableau, nous remarquons que l'acier galvanisé possède une surface relativement rugueuse ($Ra = 1,2 \pm 0,26 \mu\text{m} > 0,5 \mu\text{m}$). $Ra \in [0,94 \mu\text{m}, 1,46 \mu\text{m}]$ ce qui indique que le profil géométrique de la surface de l'acier n'est pas homogène.

Tableau 4: Résultats des mesures de la rugosité de surface de l'acier galvanisé brut, sur 5 éprouvettes avec 9 mesures par éprouvettes.

Paramètres de la rugosité (μm)	Valeurs moyennes
Ra	1.2 ± 0.26
Rz	5.85 ± 0.23
Rp	2.55 ± 0.11
Rv	3.34 ± 0.14

2.3 Evaluation de la mouillabilité et l'énergie libre de surface

Afin d'estimer l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé, des mesures d'angles de contacts de l'eau distillée et l'iodure de méthylène étaient prises dans une chambre contrôlée et conditionnée à une température ambiante de 23 ± 2 °C et une humidité de 50 ± 5 % pendant 24 heures avant le début de l'essai. Des dosages de 1 μ l d'eau distillée et 2 μ l d'iodure de méthylène ont été choisis en respectant les intervalles de dosage proposés par la norme NF ISO 19403-2 [74]. Les énergies libres de surface de ces deux liquides ainsi que leurs composantes polaires et dispersives sont récapitulées dans le Tableau 5.

Tableau 5: Énergies libres de surface et les composantes polaires et dispersives de l'eau distillée et l'iodure de méthylène à 25 °C - NF ISO 19403-2 [74].

Liquide	γ_l^t (mN/m)	γ_l^p (mN/m)	γ_l^d (mN/m)
Eau distillée	72.8	51.0	21.8
Iodure de méthylène	50.8	0	50.8

Les images de différents angles de contact étaient prises, immédiatement après que les gouttes étaient déposées sur la surface du matériau en utilisant une camera CCD 12 bits de haute résolution (1392×1040) et un logiciel de type CamWare V3.11 (Figure 16). Les gouttes étaient déposées sur la surface par une micropipette ML10 avec un intervalle de dosage compris entre 0.5 et 10 μ l. 30 mesures d'angles de contact étaient prises, 15 mesures pour chaque liquide avec 3 mesures par éprouvette. Les Figures 17(a) et 17(b) illustrent, respectivement, les images des gouttes en iodure de méthylène et en eau distillée déposées sur la surface de l'acier galvanisé.

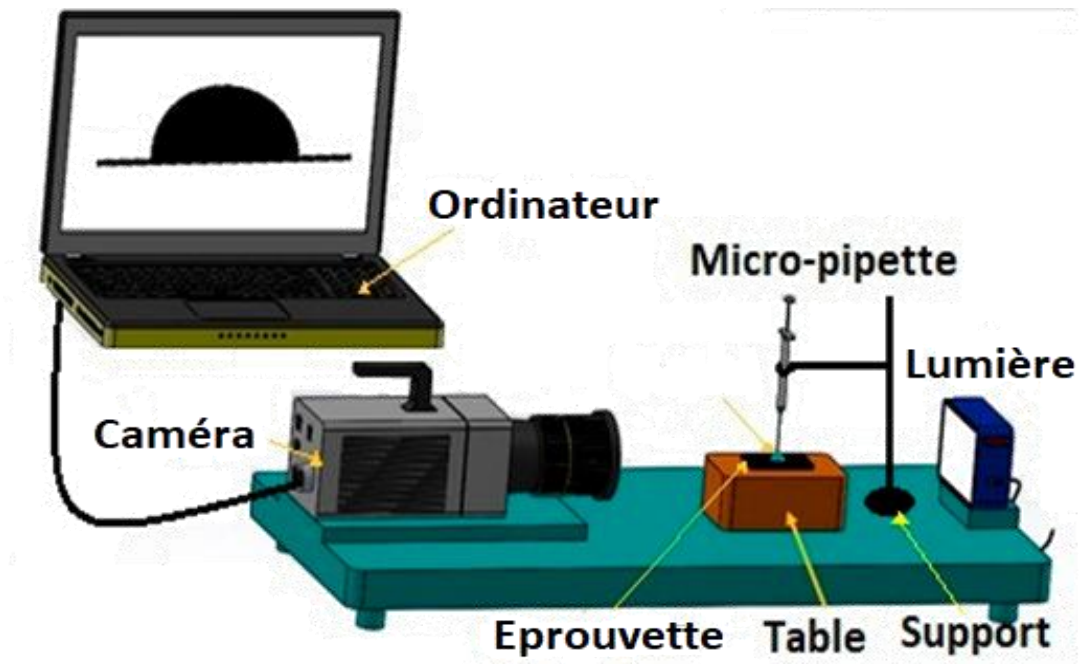


Figure 16: Dispositif de mesure d'angle de contact.

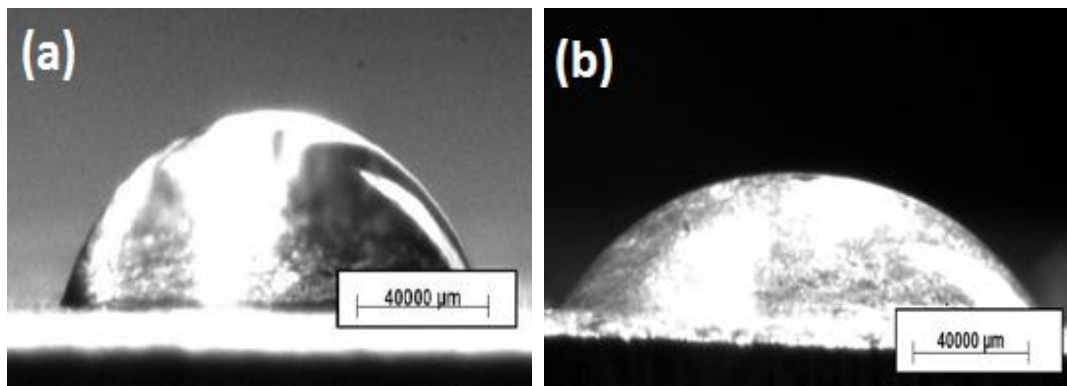


Figure 17: (a) Eau distillée et (b) l'iodure de méthylène déposés sur la surface de l'acier galvanisé.

Les Tableaux 6 et 7 présentent, respectivement, les résultats de mesures de l'angle de contact de l'eau distillée et de l'iodure de méthylène et les résultats de l'estimation de l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé. θ_i est l'angle de contact de l'iodure de méthylène et θ_e est l'angle de contact de l'eau distillée. D'après le Tableau 7, nous remarquons que l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé possède une composante polaire (γ_s^p) faible par rapport à la composante dispersive (γ_s^d).

Tableau 6: Résultats des mesures de l'angle de contact de l'eau distillée et l'iodure de méthylène de la surface de l'acier galvanisé brut, sur 5 éprouvettes avec 3 mesures par éprouvette pour chaque liquide.

Θ (°)	Acier galvanisé
Θ_i	43.72 ± 1.59
Θ_e	61.73 ± 1.86

Tableau 7: Estimation de l'énergie libre de la surface de l'acier galvanisé.

γ (mN/m)	Acier galvanisé
γ_s^p	$12.23 \pm_{0.7}^{0.71}$
γ_s^d	$37.7 \pm_{0.86}^{0.82}$
γ_s^t	$49.93 \pm_{1.63}^{1.53}$

3. Evaluation de l'épaisseur de la couche de zinc

L'épaisseur de la couche de zinc était évaluée sur les 3 coupes transversales que nous avons préparées pour l'analyse de la composition chimique du corps de l'acier en utilisant le même MEB cité précédemment mais avec un agrandissement $\times 200$ (Figure 18). En accord avec la norme NF ISO 9220 [93], un total de 9 mesures d'épaisseur de zinc était pris, 3 mesures par un lot de trois éprouvettes avec une distance de séparation de 3 mm. A l'issu de cette évaluation, une épaisseur de couche de zinc de $25.33 \pm 0.20 \mu\text{m}$ a été estimée.

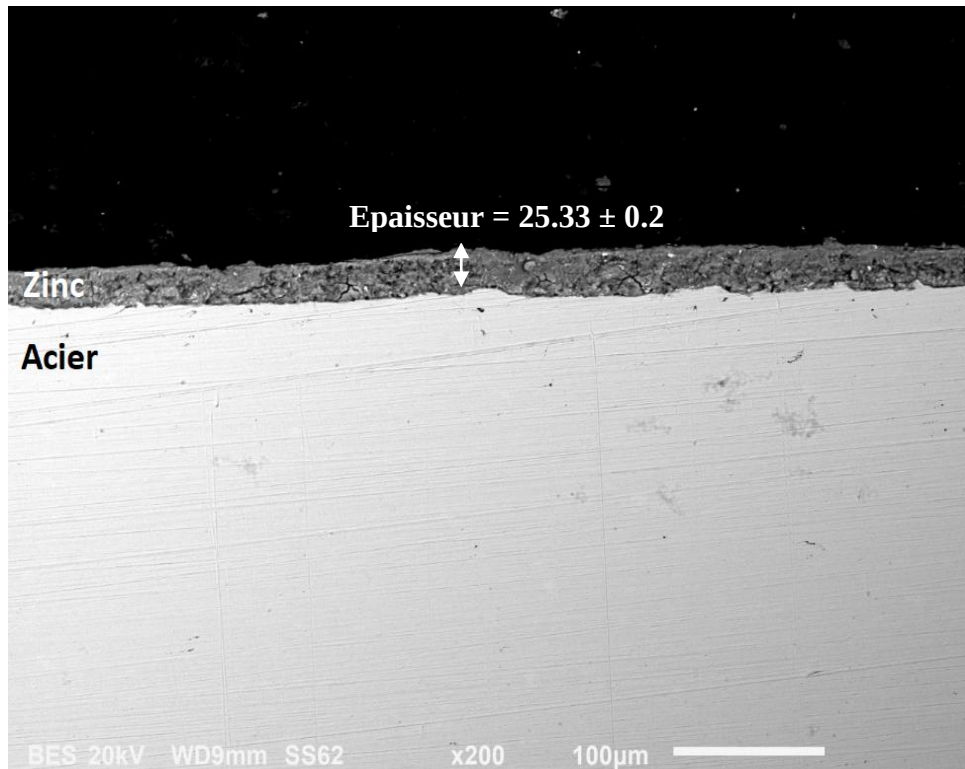


Figure 18 : Image MEB de coupe transversale de l'acier galvanisé brut $\times 200$.

II. Composite époxy/lin

Les plaques en composites lin/époxy étaient fabriquées à partir de 12 plis de pré-imprégné FLAXPREGBL150-30-Ecotechnilin déposées dans la même direction. La séquence d'empilement de la plaque est $[0^\circ, 90^\circ]_s$. Les plaques étaient fabriquées dans une presse DK 40 TCE (Thermo-Compression Electrique) en adoptant le cycle de cuisson suivant : 30 min à 80°C puis 60 min à 130°C ensuite 10 min à 60°C et en exerçant une pression de $7 \times 10^5 \text{ Pa}$. A la fin du cycle, les plaques avaient une épaisseur de $2.7 \pm 0.1 \text{ mm}$, un module de Young dans le sens de la chaîne $E_1 = 12.2 \text{ GPa}$ et un module de Young dans le sens de la trame $E_2 = 11.1 \text{ GPa}$. La densité du composite est de 1.285 g/cm^3 avec une teneur en fibre de 45%.

1. Évaluation de l'état de surface du composite lin/époxy

1.1. Examen microscopique

La surface du composite lin/époxy était nettoyée dans de l'éthanol et visualisée par un microscope optique de type ZEISS Axiotech HALL 100 (avec un agrandissement $\times 32$) comme cela est illustré dans la Figure 19. Nous remarquons d'après cette figure, que les fibres du lin sont couvertes de la résine époxy et que la topographie de la surface est homogène.

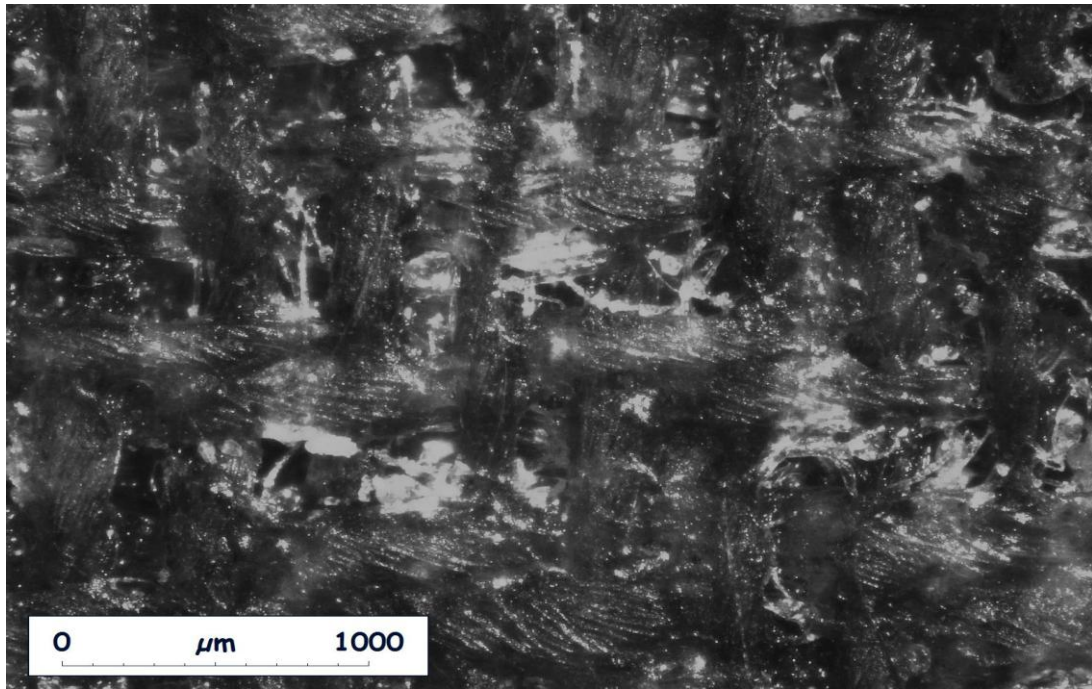


Figure 19: Images optiques de la surface du composite lin/époxy $\times 32$.

1.2. Hauteur moyenne arithmétique

Afin d'évaluer la rugosité surfacique du composite lin/époxy, des mesures 3D de la hauteur moyenne arithmétique (S_a) étaient prélevées en utilisant le même Surf-scan mécanique mentionné dans la section I.2.2. de ce chapitre. En se basant sur la norme ISO 25178 [92], les mesures de S_a étaient prélevées avec une vitesse $V = 0.5 \text{ mm/s}$, une force $F = 1 \text{ mN}$ et une coupure $\lambda_c = 0.8$. La surface d'évaluation était de $5 \times 3 \text{ mm}^2$ avec un pas de mesure de $20 \text{ }\mu\text{m}$. Les mesures étaient prises sur 5 éprouvettes de dimension $25 \times 100 \times 2.7 \text{ mm}^2$ avec 3 mesures par éprouvette.

Le Tableau 8 présente les résultats des mesures de S_a . Nous remarquons alors que cette dernière est élevée. Cela est dû aux ondulations générées par la trame et la chaîne du tissu qui n'étaient pas entièrement remplies avec la résine.

Tableau 8: Hauteur moyenne arithmétique (S_a) du composite lin/époxy.

Hauteur moyenne arithmétique (μm)	Composite lin/époxy
S_a	24.53 ± 0.72

1.3. Mouillabilité et énergie libre de surface

Une évaluation de l'énergie libre de surface du composite lin/époxy était réalisée dans cette partie en adaptant la même méthode de la section 1.2.3. de ce chapitre. Les Tableaux 9 et 10 présentent, respectivement, les résultats des mesures de l'angle de contact de l'eau distillée et de l'iodure de méthylène et les résultats de l'estimation de l'énergie libre de surface de ce matériau. Les fibres du lin sont de nature hydrophile, toutefois les résultats de mesure de l'angle de contact donnés dans le Tableau 9 et la Figure 20 ont révélé que la surface du composite n'est pas mouillable par l'eau distillée (hydrophobe) ce qui implique que la surface de ce dernier est couverte de la résine époxy. D'après le Tableau 10, la composante polaire de l'énergie libre de surface est très faible par rapport à la composante dispersive. Un tel résultat est attendu puisque les composites sont connues d'avoir, à l'état brut, des énergies libres de surface faible avec une faible composante polaire [43].

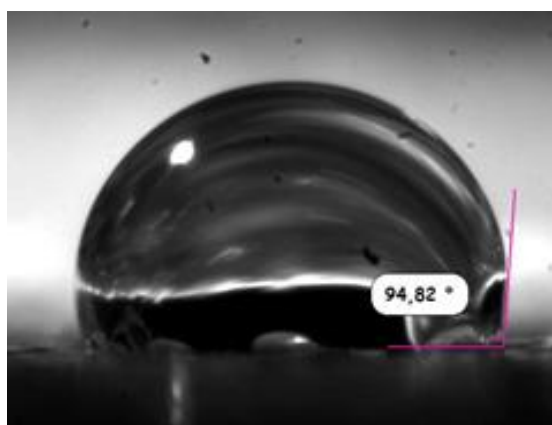


Figure 20: Angle de contact de l'eau distillée déposée sur la surface du composite lin/époxy.

Tableau 9: Angles de contact mesurés de l'eau et l'iodure de méthylène sur la surface du composite lin/époxy.

Θ (°)	Composite lin/époxy
Θ_i	49.86 ± 1.67
Θ_e	93.14 ± 1.42

Tableau 10: Estimation de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive du composite lin/époxy.

γ (mN/m)	Composite lin/époxy
γ_s^p	$0.97 \pm_{0.14}^{0.16}$
γ_s^d	34.35 ± 0.93
γ_s^t	$35.32 \pm_{1.07}^{1.08}$

III. Mouillabilité et énergie libre de la colle

Les substrats vont être assemblés avec une colle structurale de type 9088-200 fourni par 3M. C'est un film double face à base acrylique qui possède une épaisseur de 0.20 mm. Les colles ayant une énergie libre de surface inférieure à l'énergie libre de surface du substrat mouillent facilement la surface de ce dernier et forment de bonnes liaisons [43]. A cet effet, l'énergie libre de surface de la colle non polymérisé est évaluée dans cette section afin d'étudier les interactions thermodynamiques susceptibles à se créer entre la colle et l'acier galvanisé ainsi que le composite lin/époxy. Les résultats de cette étude sont donnés dans les Tableaux 11 et 12 et la Figure 21. D'après ces résultats, l'énergie libre de surface de la colle ($\gamma_s^t = 41.14 \pm_{1.13}^{1.14}$ mN/m) est plus faible que l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé ($\gamma_s^t = 49.93 \pm_{1.63}^{1.53}$ mN/m). Par conséquent, la colle mouillera proprement la surface de notre métal. Toutefois, l'énergie libre de surface de la colle ($\gamma_s^t = 41.14 \pm_{1.13}^{1.14}$ mN/m) est plus importante que l'énergie libre de surface du composite lin/époxy ($\gamma_s^t = 35.32 \pm_{1.07}^{1.08}$ mN/m). Ainsi, l'aptitude de la colle à s'étaler à la surface du composite lin/époxy est faible et les interactions thermodynamiques entre la colle et l'acier seront probablement plus importantes que les interactions thermodynamiques entre la colle et le composite.

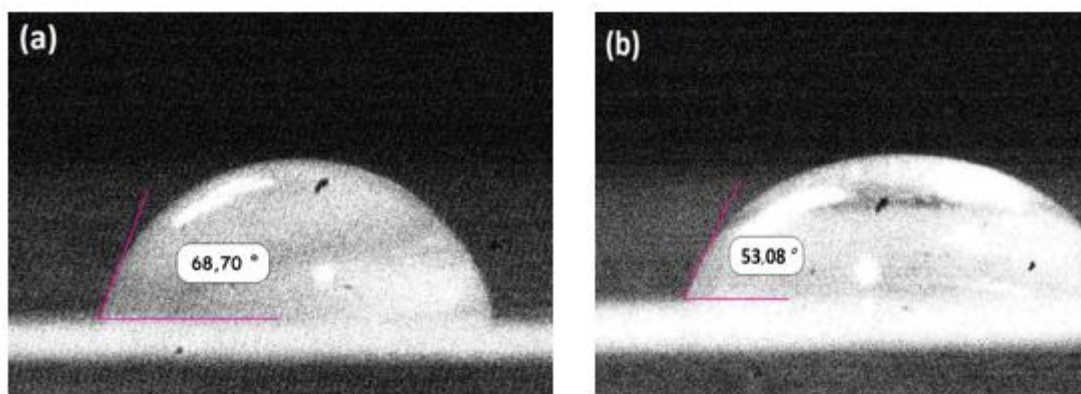


Figure 21: Angle de contact de (a) l'eau distillée et de (b) l'iodure de méthylène déposés sur la surface du film acrylique 9088-200.

Tableau 11: Angles de contact de l'eau et l'iodure de méthylène sur la surface de la colle non polymérisée.

Θ (°)	Colle structural 3M-9088
Θ_i	53.56 ± 1.08
Θ_e	71.75 ± 1.46

Tableau 12: Estimation de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la colle.

γ (mN/m)	Colle structural 3M-9088
γ_s^p	$8.78 \pm_{0.43}^{0.62}$
γ_s^d	$32.75 \pm_{1.07}^{0.13}$
γ_s^t	$41.14 \pm_{1.13}^{1.14}$

IV. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons procédé à la caractérisation des propriétés d'adhésion à l'état brut de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy. Une évaluation de la mouillabilité de la colle à ces deux matériaux a été aussi réalisée.

L'analyse de la composition chimique de l'acier ainsi que l'examen micrographique de sa microstructure a révélé que notre matériau appartient aux aciers doux. La surface de ce dernier est hétérogène en termes de composition chimique et non-homogène en termes de rugosité. La présence des impuretés et des oxydes au niveau de la surface de l'acier galvanisé peut avoir un mauvais impact sur les interactions intermoléculaires et interatomiques entre ce matériau et la colle. Le composite lin/époxy possède une surface homogène couverte de la résine époxy avec une rugosité très élevée dû aux ondulations engendrées par le tissu en fibres de lin. L'énergie libre de surface de ce matériau est faible par rapport à celle de la colle ce qui rend difficile l'étalement de cette dernière sur la surface du composite.

Bien que l'aptitude de la colle à s'étaler à la surface de l'acier s'est avérée importante, un traitement de surface des deux matériaux, avant le collage, semble être nécessaire afin d'homogénéiser la surface de l'acier galvanisé et d'améliorer la mouillabilité du composite lin/époxy à la colle. En ce sens, le chapitre 3 présente une étude de l'effet des différents traitements de surface sur les propriétés d'adhésion des deux matériaux.

Chapitre 3 - Traitement de surface

En raison de la qualité de surface non-favorable pour l'assemblage par collage de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy, une procédure de traitement de surface spécifique pour chaque matériau était mise en place. Ce chapitre présente une étude de l'effet des différents traitements de surface sur les propriétés d'adhésion des matériaux précités. Pour l'acier galvanisé, une étude de l'impact de différents modes de sablage et de traitements chimiques sur la composition chimique, la rugosité et l'énergie libre de surface, a été établie. Quant au composite lin/époxy, l'impact des traitements mécaniques par sablage, polissage et tissu d'arrachage sur les propriétés physiques de la surface a été étudié. L'objectif de ce travail est d'identifier la procédure de préparation de surface donnant à ces deux matériaux la meilleure qualité d'adhésion.

I. Acier galvanisé

1. Traitement mécanique par sablage

Le traitement de sablage a eu lieu à l'intérieur d'une cabine de sablage de type OTMT-OT100 (Figure 22) équipée d'un pistolet avec une sortie de 3 mm de diamètre et un compresseur électrique à entraînement direct de type AXAIR GM 100/2. L'effet de traitement de sablage dépend des paramètres de sablage choisis tels que la distance de sablage, la pression de sablage, l'angle de sablage, la nature du sable utilisé, sa forme et sa granulométrie etc. Dans cette partie, nous allons étudier l'effet de la variation de la pression de sablage, l'angle de sablage et la granulométrie de sable sur les propriétés de la surface de l'acier galvanisé. Après des essais préliminaires, nous avons trouvé que pour une distance de sablage de 6.5 mm, le traitement de sablage commence à avoir un effet sur l'acier à partir d'une pression de 5×10^5 Pa. D'après la fiche technique de la cabine de sablage, nous ne pouvons pas dépasser une pression de sablage de $6,8 \times 10^5$ Pa sinon nous risquons d'endommager la cabine. Par conséquent, uniquement deux pressions de sablage étaient testées, une pression de 5×10^5 Pa et une pression de 6×10^5 Pa. Il n'y a pas un angle de sablage standard. L'angle de sablage le plus utilisé est un angle de 90° [51, 53, 56, 76]. Toutefois, dans quelques travaux de recherche [50, 55, 60, 91], l'utilisation d'un angle de sablage de 75° a amélioré d'avantage les propriétés d'adhésion de certains matériaux qu'un traitement de sablage avec un angle de 90° . Pour cette raison, deux angles de sablage étaient testés dans ce travail, un angle de 90° et un

angle de 75°. Quant à la granulométrie, nous avons testés trois granulométries de sable différentes, une granulométrie de 200/300 qui présente la granulométrie la plus grande, une granulométrie de 90/150 qui présente la granulométrie moyenne et une granulométrie de 70/110 qui présente la granulométrie la plus petite. Le sable utilisé pour ce traitement est un sable en verre dont les grains possèdent une forme sphérique. Les essais réalisés sont récapitulés dans les tableaux 13 et 14. En agissant directement sur le système de réglage du compresseur, nous pouvons varier facilement la pression de sablage. Concernant l'angle de sablage, un support éprouvette (Annexe A) était conçu et fabriqué puis placé à l'intérieur de cabine de sablage (Figure 23) afin de pouvoir varier l'angle de sablage tout en gardant une distance de sablage invariable de 6.5 mm.

Le traitement de sablage était réalisé avec une vitesse d'opérateur moyenne de 2.08 mm/s. Les pièces étaient bombardées avec du sable dans un mouvement circulaire tout au long de la surface. En variant un seul paramètre de sablage à la fois, nous avons obtenus un total de 12 essais de sablages différents (Tableau 14). Cinq éprouvettes étaient consacrées pour chaque condition.

Après le traitement de sablage, les éprouvettes étaient nettoyées avec de l'éthanol, rincées avec de l'eau distillée puis séchées avec un pistolet d'air comprimé et placées dans un four sous une température de 50°C pendant 3 heures pour un séchage complet.

Pour le reste de ce document nous utilisons la notation suivante : (G) pour la granulométrie, (A) pour l'angle de sablage et (P) pour la pression (Tableaux 13 et 14).



Figure 22: Cabine de sablage de type OTMT-OT100.

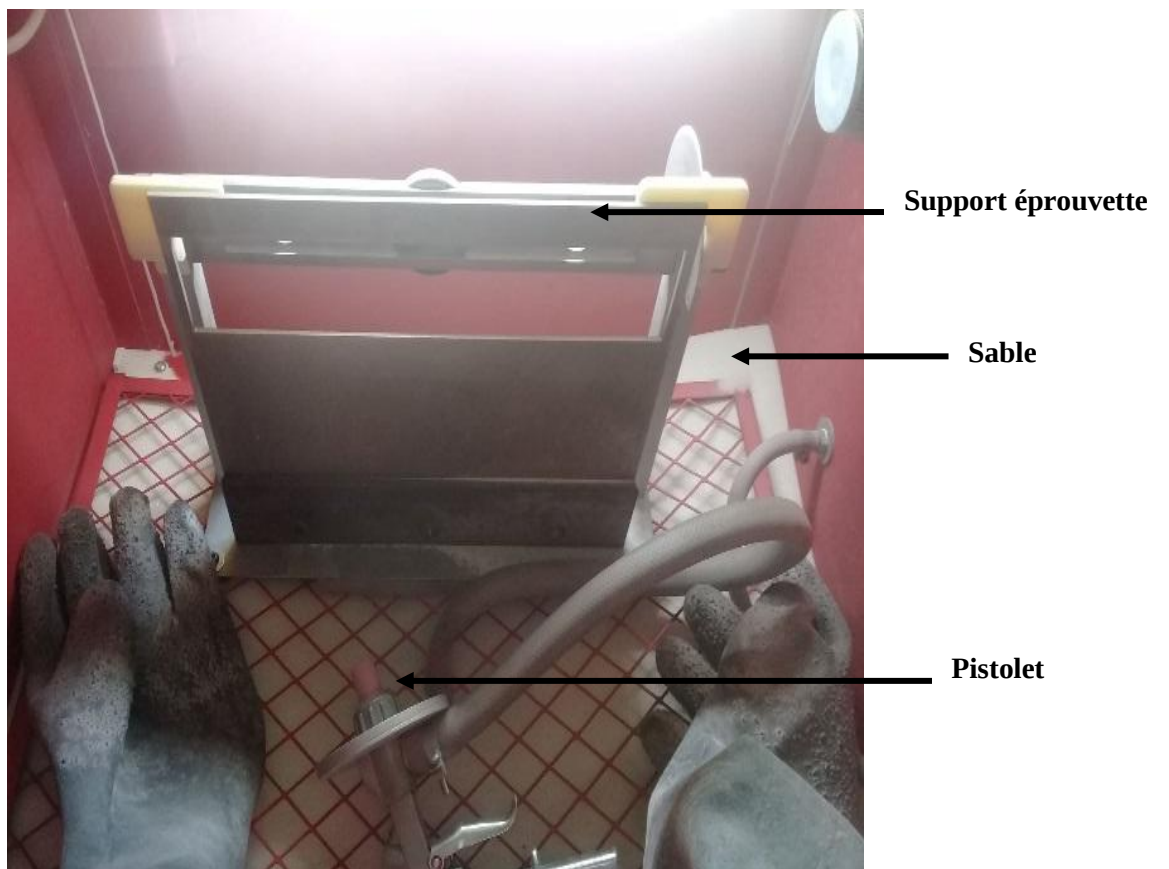


Figure 23: Vue de l'intérieur de la cabine de sablage – support éprouvette.

Tableau 13: Paramètres de sablage étudiés.

Notation	Paramètres d'essai	Etat du paramètre	Valeur du paramètre
S	Matériau abrasif	Fixe	Sable de verre
G	Granulométrie du matériau abrasif	Variable	200/300, 90/150, 70/110
P	Pression de sablage	Variable	5×10^5 Pa, 6×10^5 Pa,
A	Angle de sablage	Variable	75°, 90°
d	Distance de sablage	Fixe	6.5 mm
V	Vitesse moyenne de sablage	Fixe	2.08 mm/s

Tableau 14: Matrice des essais - traitement de sablage.

Granulométrie	Pression ($\times 10^5$ Pa)	Angles (°)	Nom de Série
70/110	5	75	G70/110.A75.P5
		90	G70/110.A90.P5
	6	75	G70/110.A75.P6
		90	G70/110.A90.P6
90/150	5	75	G90/150.A75.P5
		90	G90/150.A90.P5
	6	75	G90/150.A75.P6
		90	G90/150.A90.P6
200/300	5	75	G200/300.A75.P5
		90	G200/300.A90.P5
	6	75	G200/300.A75.P6
		90	G200/300.A90.P6

2. Evaluation de l'épaisseur de zinc après le traitement de sablage

L'objectif de cette partie est d'étudier l'évolution du revêtement de zinc après le traitement de sablage. Une évaluation de l'épaisseur de zinc, pour les éprouvettes traitées par sablage G200/300.A90.P6 et par sablage G200/300.A75.P5, a été réalisée. G200/300.A90.P6 présente le traitement de sablage le plus agressif parmi les traitements testés (Tableau 14). Pour les deux traitements précités, 3 éprouvettes étaient évaluées avec trois mesures d'épaisseur de zinc par échantillon. Les éprouvettes étaient préparées de la même manière que dans la section I.1. du chapitre 2.

Le Tableau 15 représente les résultats de mesures de l'épaisseur de la couche de zinc pour l'acier brut et pour l'acier traité avec les configurations de sablage G200/300.A90.P6 et G200/300.A75.P5. D'après ce tableau, nous remarquons que, même pour le traitement de sablage le plus agressive, la couche de zinc n'a pas disparu. Cette information est utile surtout que nous comptons par la suite faire un traitement chimique de surface par un agent de couplage. Le choix de cet agent dépendra de la nature de surface générée par le traitement de sablage.

Une réduction d'épaisseur de revêtement de zinc de 23% a été notée pour les éprouvettes traitées avec G200/300.A90.P6 et de 18% pour les éprouvettes traitées avec G200/300.A75.P5. Par conséquent, le sablage a induit un enlèvement de matière. Ce résultat est cohérent avec une étude réalisée par He et al. [75] où l'alliage de titane a enregistré une perte de masse importante après le traitement de sablage.

Tableau 15: Evaluation de l'épaisseur de la couche zinc avant et après le traitement de sablage.

Traitement de surface	Epaisseur de la couche de zinc (μm)
Aucun	25.33 ± 0.2
Sablage G200/300.A90.P6	19.41 ± 0.2
Sablage G200/300.A75.P5	20.84 ± 0.16

La Figure 24 est une image MEB d'une coupe transversale d'une éprouvette en acier galvanisé traitée avec la configuration de sablage G200/300.A90.P6. Nous constatons d'après

cette figure, la présence des fissures au niveau de la surface traitée. Les mêmes résultats étaient reportés par Okada et al. [57] et Tan et al. [68].

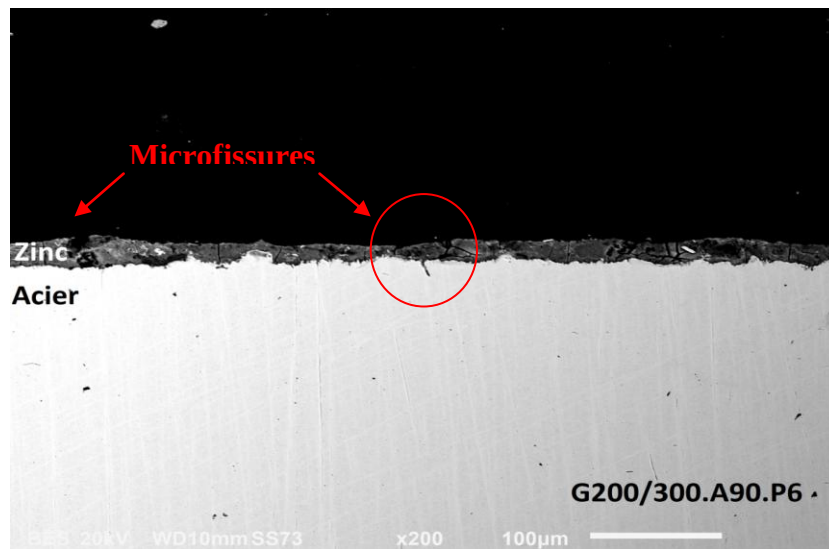


Figure 24: Image MEB d'une coupe transversale de l'acier galvanisé après un traitement de sablage G200/300.A90.P6 $\times 200$.

3. Caractérisation de la surface après le traitement de sablage

3.1. Analyse chimique de la surface

L'objectif de cette partie est d'analyser les changements au niveau de la composition chimique de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage de type G200/300.A90.P6 et G200/300.A75.P5. Pour ce faire, la même méthode expérimentale de la section I.2.1. du chapitre 2 était appliquée. Trois éprouvettes étaient analysées avec trois mesures de composition chimique par échantillon. Les résultats de cette analyse sont donnés dans le Tableau 16. Nous remarquons d'après ce tableau que le traitement de sablage avait un impact sur la composition chimique de la surface de l'acier galvanisé. Cet effet dépendait des paramètres de sablage choisis. Ces résultats sont conformes aux résultats trouvés par Harris et Beevers [55] où la composition chimique de la surface de l'aluminium variait en fonction de la nature et la granulométrie du sable utilisé. Le pourcentage de l'oxygène (O) a diminué après le traitement de sablage ce qui implique que ce traitement a engendré l'élimination d'une partie des oxydes présents au niveau de la surface de l'acier. Le pourcentage de silicium (Si) a augmenté de 0.9 % à 3% dans le cas des éprouvettes traitées avec la configuration de sablage G200/300.A90.P6 et de 0.9 % à 6 % dans le cas des éprouvettes traitées avec la configuration de sablage G200/300.A75.P5. Cette augmentation implique la présence de résidus de sable au niveau de la surface de l'acier même après le nettoyage de ces éprouvettes.

Van Dam et al. [91] ont rapporté que les traitements de surface par abrasion, notamment le polissage et le sablage, engendrent des résidus de sable au niveau de la surface de l'acier.

Tableau 16: Composition chimique de la surface de l'acier galvanisé avant et après le traitement de sablage.

Masse %	Zn	O	Si	Al
Aucun	72.21 $\pm$ 0.04	24.35 $\pm$ 0.50	0.90 $\pm$ 0.30	2.83 $\pm$ 0.10
G200/300.A90.P6	86.94 $\pm$ 0.75	9.81 $\pm$ 0.41	3.30 $\pm$ 0.50	0
G200/300.A75.P5	81.26 $\pm$ 0.20	12.55 $\pm$ 0.30	6.2 $\pm$ 0.10	0

La Figure 25 illustre des images MEB de la surface de l'acier galvanisé avant et après les traitements de sablage G300/200.A90.P6 et G200/300.A75.P5. Nous remarquons d'après cette figure que le traitement de sablage avait un effet sur la topographie de la surface. Nous notons aussi la disparition de quelques zones gris foncé. Cela implique que le sablage a éliminé une partie des impuretés générées par la procédure de galvanisation. Ces résultats coïncident avec les résultats donnés dans le Tableau 16. Par conséquent, l'acier traité par sablage présente une surface plus homogène en termes de composition chimique que l'acier non-traité.

1.1. Evaluation de la rugosité de surface

L'objectif de cette partie est d'évaluer l'effet des différents traitements de sablage sur les paramètres de rugosités Ra, Rz, Rp et Rv de l'acier galvanisé. Pour chaque configuration de sablage (Tableau 14), cinq éprouvettes étaient évaluées et 9 mesures de rugosité par éprouvettes étaient prélevées, 3 mesures dans trois endroits différents : au milieu et des deux côtés. Les tableaux 17, 18 et 19 représentent les résultats de mesures des paramètres de rugosités précités. La Figure 26 représente l'effet de la variation des paramètres de sablage sur la rugosité moyenne de surface (Ra).

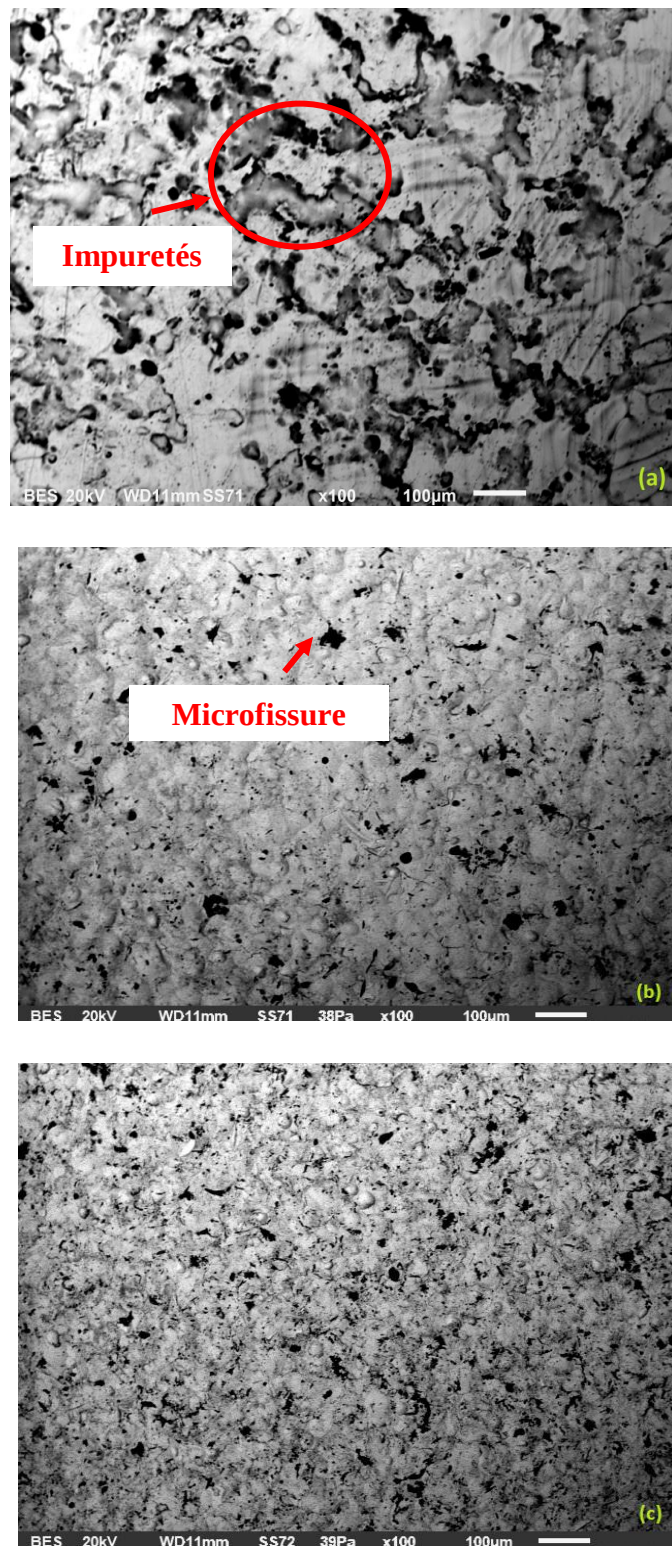


Figure 25: Images MEB de la surface d'une éprouvette en acier galvanisé : (a) non-traitée, (b) traitée avec un traitement de sablage G200/300.A90.P6, (c) traitée avec un traitement de sablage G200/300.A75.P5.

Tableau 17: Paramètres de la rugosité de surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec du sable de verre de granulométrie G200/300.

G200/300	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
Ra (µm)	1,58 ± 0,10	1,36 ± 0,15	1,55 ± 0,10	1,33 ± 0,20
Rz (µm)	8,79 ± 1,35	6,6 ± 0,64	8,97 ± 0,9	6,14 ± 0,65
Rp (µm)	4,78 ± 0,71	3,29 ± 0,94	4,7 ± 0,58	3,22 ± 0,61
Rv (µm)	4,23 ± 0,58	3,93 ± 0,48	4,36 ± 0,49	3,65 ± 0,44

Tableau 18: Paramètres de la rugosité de surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec du sable de verre de granulométrie G90/150.

G90/150	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
Ra (µm)	1,05 ± 0,08	0,94 ± 0,074	1,17 ± 0,25	0,98 ± 0,08
Rz (µm)	6,41 ± 0,62	5,68 ± 0,63	7,13 ± 1,57	5,98 ± 0,53
Rp (µm)	3,31 ± 0,27	2,93 ± 0,61	3,73 ± 1,16	3,06 ± 0,22
Rv (µm)	3,07 ± 0,34	2,81 ± 0,36	3,40 ± 1,09	2,88 ± 0,35

Tableau 19: Paramètres de la rugosité de surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec du sable de verre de granulométrie G70/110.

G70/110	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.5
Ra (µm)	1,11 ± 0,10	1,04 ± 0,09	1,067 ± 0,1	0,96 ± 0,10
Rz (µm)	6,70 ± 0,83	6,21 ± 0,53	8,50 ± 0,73	5,76 ± 0,57
Rp (µm)	3,33 ± 0,48	3,14 ± 0,30	3,42 ± 0,51	2,91 ± 0,38
Rv (µm)	3,29 ± 1,62	3,06 ± 0,45	3,03 ± 0,38	2,87 ± 0,36

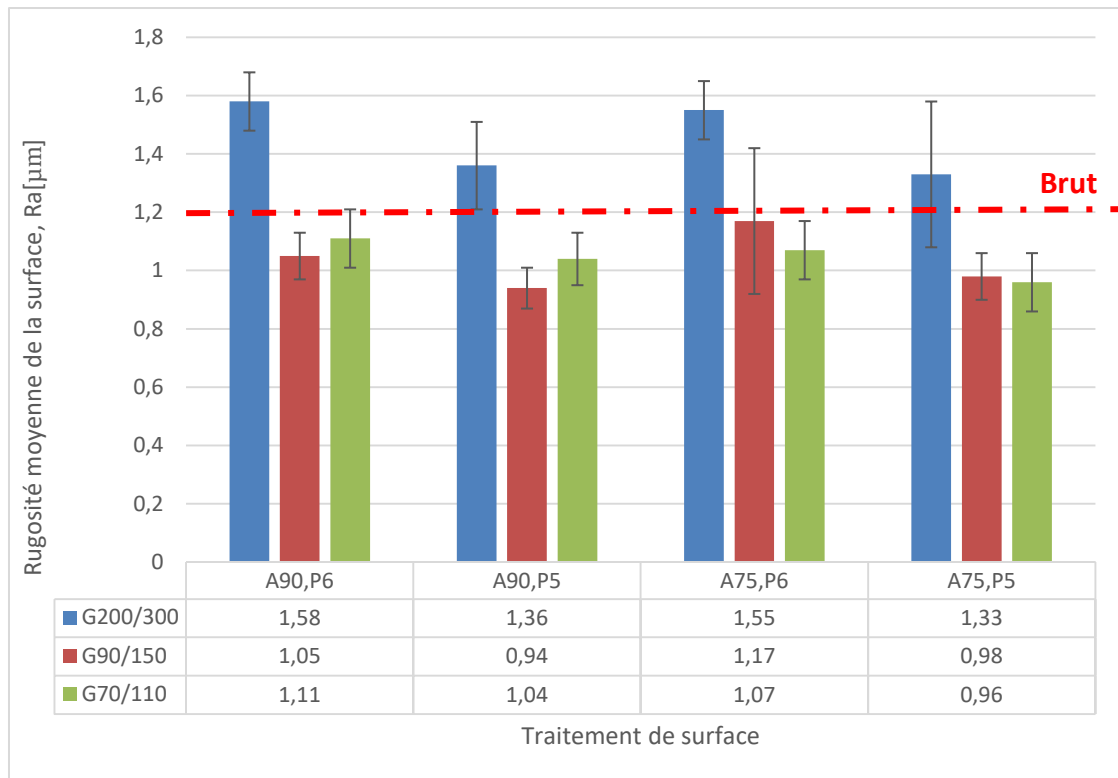


Figure 26: Diagramme représentatif de l'effet de variation des différents paramètres de sablage sur la rugosité moyenne (Ra) de la surface de l'acier galvanisé.

1.1.1. Analyse statistique des résultats – cas des grands échantillons

Les valeurs de Ra prélevées de la surface de l'acier galvanisé après différents traitements de sablage étaient comparées par la méthode de comparaison de deux moyennes dans le cas des grandes échantillons (nombre de mesure > 30) avec une estimation de risque $\alpha = 0.05$. L'étape la plus importante de l'analyse statistique était d'établir les hypothèses et la règle de décision. Les hypothèses de cette analyse sont les suivantes Eq 8:

$$\begin{cases} H_0 : Ra_1 = Ra_2 \\ H_1 : Ra_1 \neq Ra_2 \end{cases} \quad \text{Eq 8}$$

Pour une estimation de risque $\alpha = 0.05$, la règle de décision est $Z_{\alpha/2} = 1.96$. Avec un nombre de mesure de la rugosité moyenne (Ra), $n_1 = n_2 = 45$, $Z = \frac{m_1 - m_2}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}}$ suit approximativement une loi normale centrée réduite avec $m_{1/2}$ et $s_{1/2}$, les valeurs moyennes et les écarts types de $Ra_{1/2}$.

Si $Z < Z_{\alpha/2}$ alors H_0 est vrai et si $Z > Z_{\alpha/2}$ alors H_1 est vrai. Les résultats des analyses statistiques sont regroupés dans le Tableau 43 de l'Annexe B.

1.1.2. Interprétation et discussion des résultats

Effet de la variation de la granulométrie

En analysant statistiquement les résultats des Tableaux 17, 18 et 19, nous pouvons affirmer que la variation de la granulométrie de sable de verre affectait la rugosité moyenne (R_a) de l'acier dans 92% des essais de sablage testés (Tableau 14). Les éprouvettes traitées avec du sable de granulométrie 200/300 présentaient les surfaces les plus rugueuses et les éprouvettes traitées avec du sable de granulométrie 70/110 présentaient les surfaces les plus lisses (Figure 26). Ces résultats sont en accord avec les résultats trouvés par Li et al. [53], Mukai et al. [54], Harris et Beevers [55] et Watanabe et al. [61] où plus la granulométrie du sable était grande plus la rugosité de la surface était élevée et vice versa. Le sablage avec un sable de faible granulométrie génère une surface homogène avec une topographie uniforme [52]. Une topographie de surface régulière renforce l'adhésion des collages structuraux composite/métal [66]. Un traitement par sablage avec un sable de grande granulométrie peut, sous une certaine distance ou pression de sablage, générer des microfissures, des phénomènes locaux comme le matage et créer une concentration des contraintes de compression au niveau de la surface traitée.

Effet de la variation de la pression de sablage

D'après les résultats des tableaux 17, 18 et 19, la variation de la pression de sablage avait un effet sur la rugosité moyenne (R_a) de l'acier dans 100% des essais de sablage étudiés. Plus la pression de sablage était élevée plus la surface de l'acier traité était rugueuse. Ces résultats sont conformes aux résultats trouvés par Li et al. [53] et Okada et al. [57]. Néanmoins Rudawska et al. [51] ont trouvé que la variation de la pression n'avait pas un effet sur la rugosité moyenne de la surface de l'acier carboné. Cela peut être relatif à la nature de l'acier testé ou bien l'intervalle de pression choisi pour l'essai. Une autre recherche réalisée par Khan et al. [52] a révélé qu'un traitement de sablage avec des pressions élevées a contribué à l'amélioration de l'adhésion des collages titane/titane. Toutefois ces éprouvettes résistaient moins au vieillissement que les éprouvettes traitées avec une pression de sablage faible. Une pression de sablage élevée pourrait améliorer l'ancrage mécanique du collage en rendant les substrats plus rugueux. Cependant une rugosité de surface très élevée peut favoriser la création de vide entre la colle et la surface permettant ainsi la pénétration de l'eau au niveau de l'interface colle/substrat et diminuant donc la durabilité du collage au vieillissement [66]. Nous pouvons alors conclure que le choix de la pression de sablage dépend des conditions environnementales auxquelles la structure va être exposée. Boutar et al. [77] ont reporté que

plus la surface du matériau traité par sablage était lisse plus la résistance au cisaillement de la structure collée était importante. La contradiction entre ces différentes études soutient la théorie selon laquelle l'augmentation de la rugosité de la surface du matériau avant le collage contribue à l'amélioration de l'ancrage mécanique entre les pièces collées jusqu'à ce que la rugosité de la surface atteigne une certaine valeur à partir de laquelle l'adhérence des substrats commence à diminuer.

Effet de la variation de l'angle de sablage

Contrairement à la granulométrie des microbilles de verre et la pression de sablage, la variation de l'angle de sablage n'avait pas un effet important sur la rugosité moyenne (R_a) de la surface de l'acier galvanisé. Ces résultats contredisent une recherche réalisée par Ho et al. [50] concernant l'effet de différents angles de sablage sur la rugosité de la surface de zircon et du titane. Cela pourrait être lié à la plage d'angles testée ou à la granulométrie et la nature du sable choisies pour le traitement. Dans notre étude, l'effet de variation de l'angle sur R_a n'a été remarqué que lorsque du sable avec une faible granulométrie était utilisé.

1.2. Evaluation de la mouillabilité et l'énergie libre de surface

L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet de variation des paramètres de sablage sur la mouillabilité et l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé. Les essais des mesures de l'angle de contact étaient faits suivant la méthode de la section I.2.3. du chapitre 2. Un total de 30 mesures d'angle de contact étaient prises par essai de sablage, 15 mesures d'angle de contact de l'eau distillée et 15 mesures d'angle de contact de l'iodure de méthylène. Cinq éprouvettes étaient consacrées pour chaque essai avec 3 mesures par éprouvette. Les résultats de mesures de l'angle de contact de l'iodure de méthylène et de l'eau distillée ainsi que l'estimation de l'énergie libre de surface sont donnés dans les tableaux 20-22 et 23-25. Les Figures 27 et 28 représentent des images des gouttes, des deux liquides précités, déposées sur la surface de l'acier galvanisé traité avec différentes configurations de sablage (Tableau 14). Un diagramme représentatif de l'effet de la variation des paramètres de sablage sur l'énergie libre de surface est illustré dans la Figure 29.

Angle de contact

Tableau 20: Angles de contact de l'eau distillée (θ_e) et l'iodure de méthylène (θ_i) de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec une granulométrie de sable 200/300.

G200/300	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
$\theta_i(^{\circ})$	42.57 ± 2.43	56.75 ± 1.70	43.6 ± 1.61	54.4 ± 1.61
$\theta_e(^{\circ})$	37.51 ± 1.99	64.05 ± 1.55	36.98 ± 2.72	36.85 ± 2.25

Tableau 21: Angles de contact de l'eau distillée (θ_e) et l'iodure de méthylène (θ_i) de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec une granulométrie de sable 90/150.

G90/150	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
$\theta_i(^{\circ})$	60.29 ± 1.17	60.89 ± 1.77	54.27 ± 1.84	59.35 ± 1.50
$\theta_e(^{\circ})$	33.57 ± 1.98	33.81 ± 2.33	39.91 ± 0.96	38.43 ± 1.33

Tableau 22: Angles de contact de l'eau distillée (θ_e) et l'iodure de méthylène (θ_i) de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec une granulométrie de sable 70/110.

G70/110	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
$\theta_i(^{\circ})$	58.93 ± 1.40	62.60 ± 1.22	54.50 ± 1.53	52.30 ± 0.98
$\theta_e(^{\circ})$	17.57 ± 1.22	19 ± 2.23	11.83 ± 0.95	18.55 ± 1.78

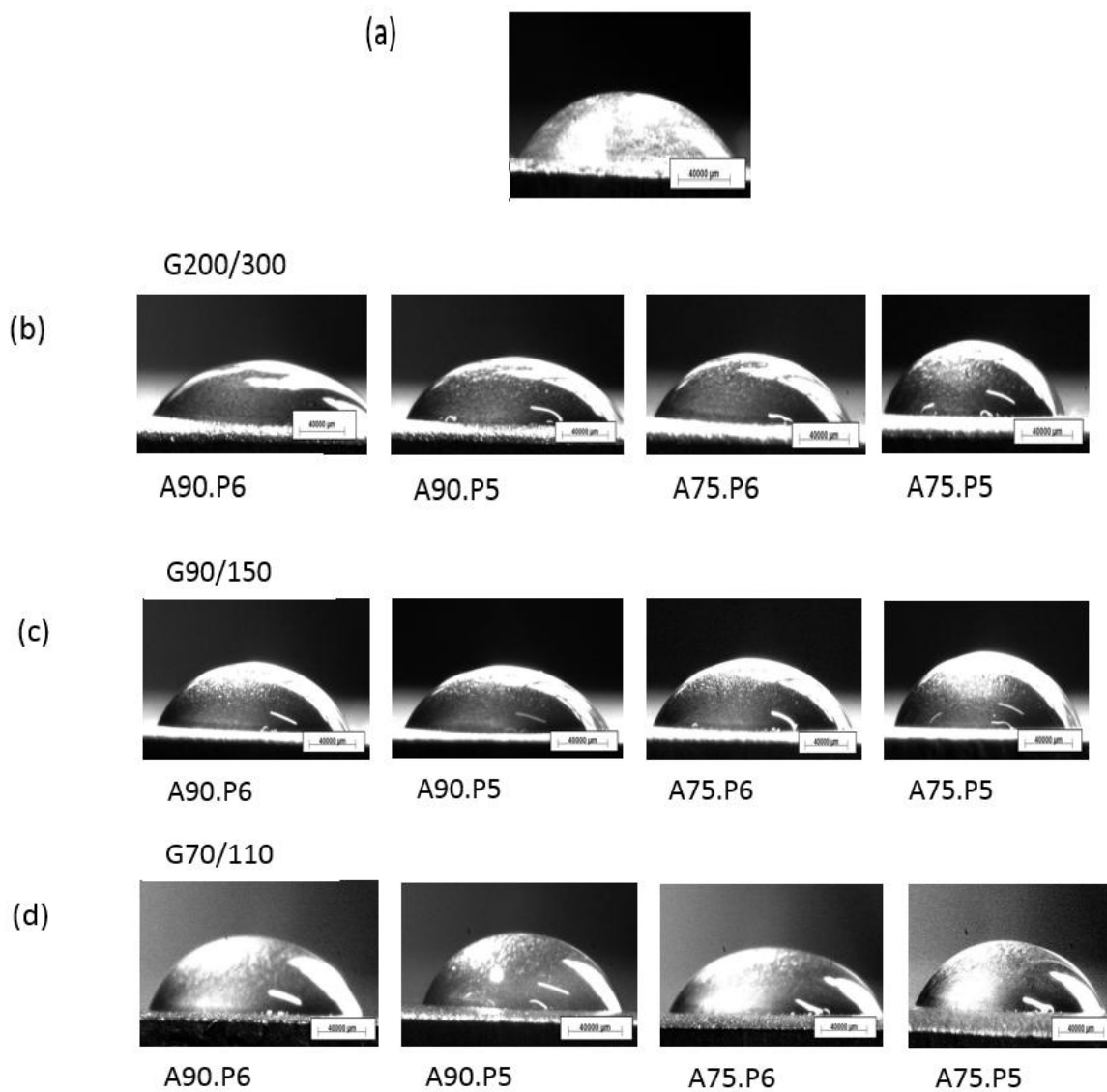


Figure 27: Images optiques des gouttes d'iodure de méthylène déposées sur la surface de l'acier galvanisé, (a) non-traitée, (b) traitée avec G200/300, (c) traitée avec G90/150, (d) traitée avec G70/110.

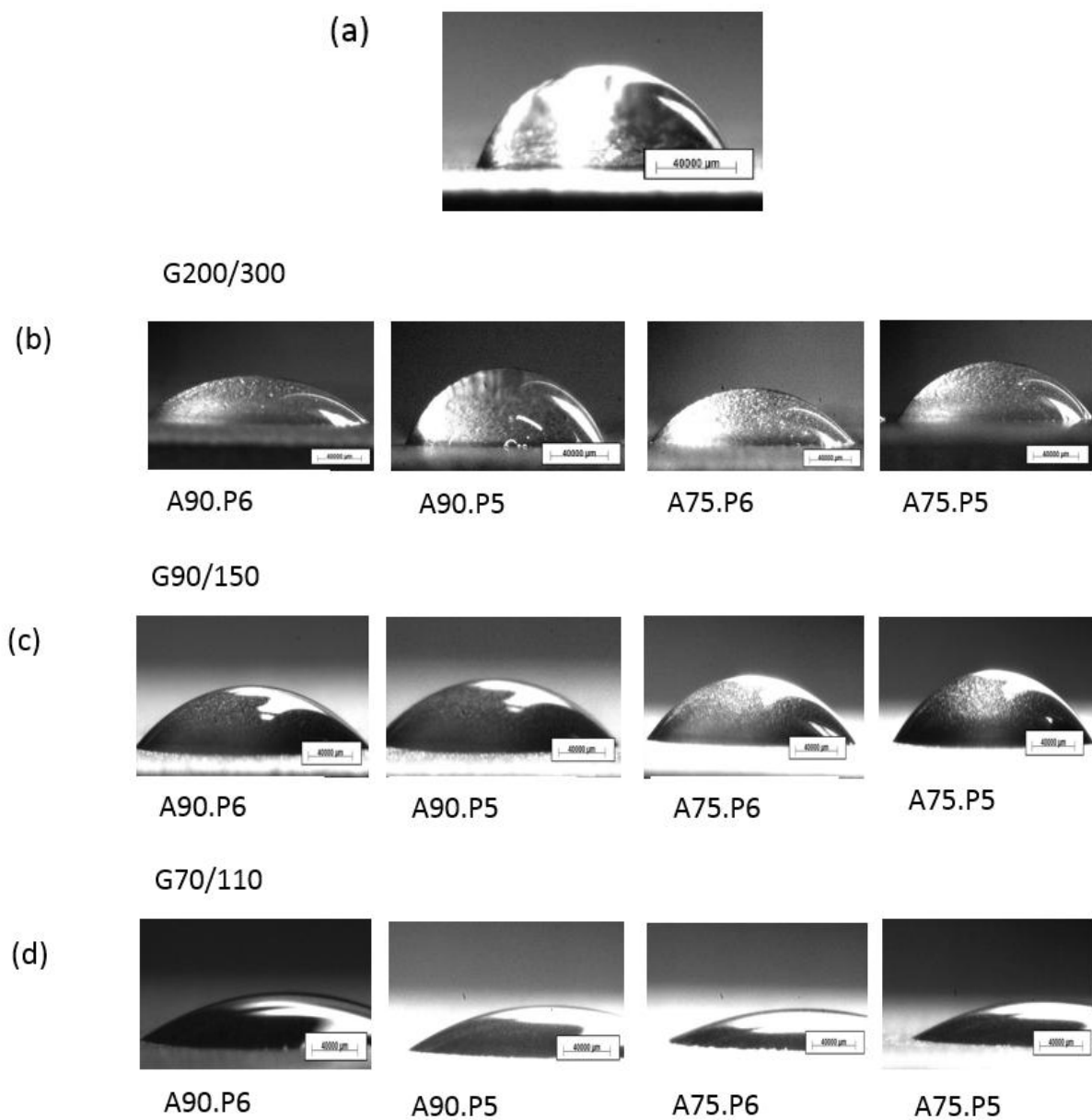


Figure 28: Images optiques des gouttes d'eau distillée déposées sur la surface de l'acier galvanisé, (a) non-traitée, (b) traitée avec G200/300, (c) traitée avec G90/150, (d) traitée avec G70/110.

Energie libre de surface

Tableau 23: Estimations de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la surface de l'acier galvanisé traitée avec G200/300.

G200/300	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
γ_s^p (mN/m)	$25.95 \pm_{0.42}^{0.41}$	13.84 ± 0.49	$26.54 \pm_{1.07}^1$	$30.13 \pm_{0.75}^{0.71}$
γ_s^d (mN/m)	$38.30 \pm_{1.29}^{1.24}$	30.44 ± 0.97	$37.75 \pm_{0.84}^{0.85}$	$31.79 \pm_{0.92}^{0.91}$
γ_s^t (mN/m)	$64.25 \pm_{1.71}^{0.65}$	44.28 ± 1.46	$64.29 \pm_{1.91}^{1.85}$	$61.92 \pm_{1.67}^{1.62}$

Tableau 24: Estimations de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la surface de l'acier galvanisé traitée avec G90/150.

G90/150	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
γ_s^p (mN/m)	$34.33 \pm_{0.68}^{0.63}$	$34.44 \pm_{0.65}^{0.58}$	$28.26 \pm_{0.06}^{0.07}$	$31.05 \pm_{0.24}^{0.23}$
γ_s^d (mN/m)	$28.41 \pm_{0.68}^{0.67}$	28.06 ± 1.02	31.86 ± 1.05	28.95 ± 0.86
γ_s^t (mN/m)	$62.74 \pm_{1.36}^{1.3}$	$62.5 \pm_{1.67}^{1.61}$	$60.13 \pm_{0.98}^{0.99}$	$60.00 \pm_{1.4}^{1.09}$

Tableau 25: Estimations de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de la surface de l'acier galvanisé traitée avec G70/110.

G70/110	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
γ_s^p (mN/m)	$41.27 \pm_{0.22}^{0.19}$	$42.43 \pm_{0.31}^{0.23}$	$40.99 \pm_{0.42}^{0.43}$	$38.12 \pm_{0.25}^{0.21}$
γ_s^d (mN/m)	$29.19 \pm_{0.81}^{0.8}$	27.08 ± 0.7	31.73 ± 0.87	32.89 ± 0.55
γ_s^t (mN/m)	$70.46 \pm_{0.62}^{0.58}$	$69.51 \pm_{1.01}^{0.93}$	$72.73 \pm_{0.44}^{0.89}$	$71.11 \pm_{0.8}^{0.76}$

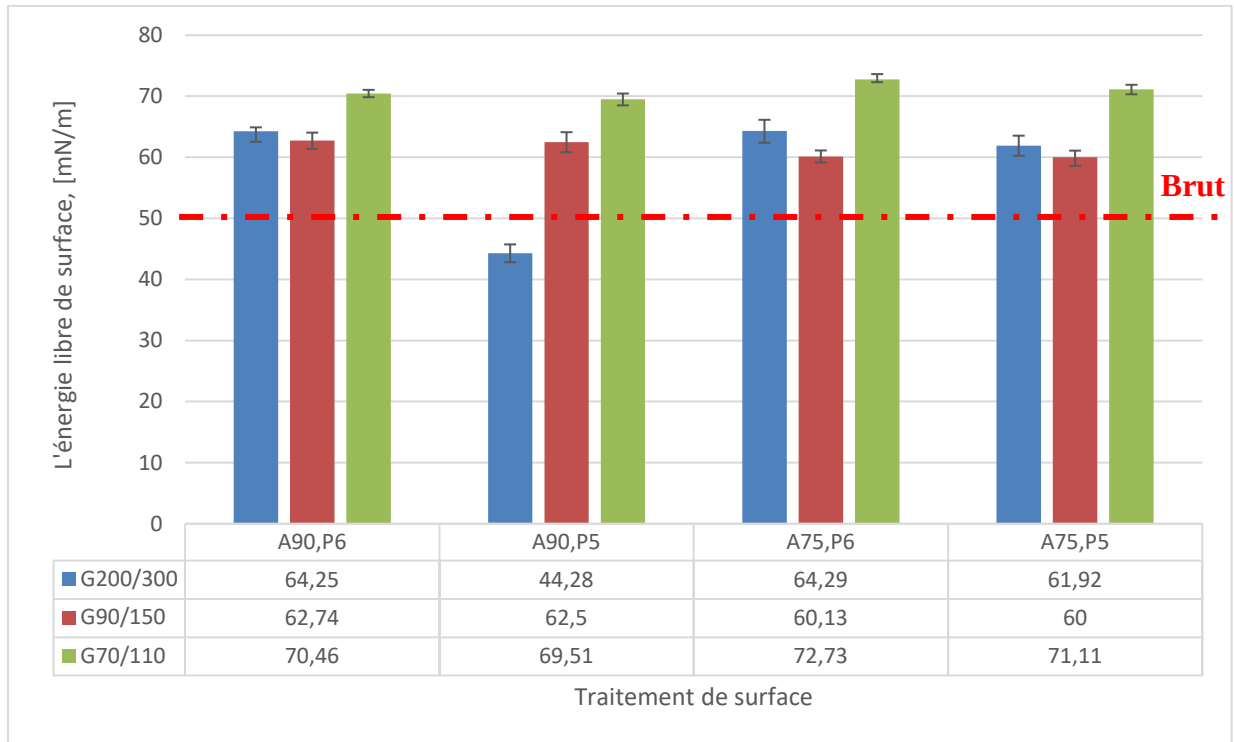


Figure 29: Diagramme représentatif de l'effet de variation des paramètres de sablage sur l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé.

1.2.1. Analyse statique des résultats – cas des petits échantillons

Les résultats de l'angle de contact et de l'énergie libre de surface étaient analysés par la méthode de comparaison de deux moyennes des petits échantillons (nombre de mesure < 30) avec une estimation à risque $\alpha = 0.05$. L'étape la plus importante de l'analyse statique était d'établir les hypothèses et les règles de décisions. Les hypothèses de cette analyse sont les suivantes :

Cas de comparaison des deux moyennes de l'angle de contact (Θ) :

$$\begin{cases} H_0 : \Theta_1 = \Theta_2 \\ H_1 : \Theta_1 \neq \Theta_2 \end{cases} \quad (\text{Eq 9})$$

Cas de comparaison des deux moyennes de l'énergie libre de surface (γ_s^t) :

$$\begin{cases} H_0 : \gamma_{s1}^t = \gamma_{s2}^t \\ H_1 : \gamma_{s1}^t \neq \gamma_{s2}^t \end{cases} \quad (\text{Eq 10})$$

Pour une estimation de risque $\alpha = 0.05$, la règle de décision pour un nombre de mesure $n_1 = n_2 = 15 < 30$ et un F-Fisher $F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < F_{n_2-1}^{n_1-1} = 3.08$ (avec s l'écart type), est $T_{n_1+n_2-2; \alpha/2} = 2.05$ et la règle de décision pour un nombre de mesure $n_1 = n_2 = 15 < 30$ et un F-Fisher $F = \frac{s_1^2}{s_2^2} > F_{n_2-1}^{n_1-1} = 3.08$, est T_K avec

$$K = \frac{\left(\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{1}{n_1-1}\left(\frac{s_1^2}{n_1}\right)^2 + \frac{1}{n_2-1}\left(\frac{s_2^2}{n_2}\right)^2} \quad (\text{Eq 11}) \quad \text{et} \quad T = \frac{m_1 - m_2}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}} \quad (\text{Eq 12})$$

Dans le cas où $F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < F_{n_2-1}^{n_1-1} = 3.08$, si $T < T_{n_1+n_2-2; \alpha/2} = 2.05$ alors H_0 est vrai et si $T > T_{n_1+n_2-2; \alpha/2} = 2.05$ alors H_1 est vrai.

Dans le cas où $F = \frac{s_1^2}{s_2^2} > F_{n_2-1}^{n_1-1} = 3.08$, si $T < T_K$ alors H_0 est vrai et si $T > T_K$ alors H_1 est vrai. Les résultats de l'analyse statiques sont illustrés dans les Tableaux 44, 45 et 46 de l'Annexe B.

1.2.2. Interprétation des résultats

a. Etude de l'angle de contact

Angle de contact de l'iodure de méthylène (θ_i)

L'analyse statistique des résultats donnés dans les tableaux 6, 20, 21 et 22 a révélé que 83% des éprouvettes traitées par sablage présentaient un θ_i plus important que le θ_i des éprouvettes non-traitées. Dans le cas de ces éprouvettes :

- 80% des éprouvettes traitées avec une pression de 6×10^5 Pa présentaient un θ_i plus faible que le θ_i des éprouvettes traitées avec une pression de 5×10^5 Pa.

- 100% des éprouvettes traitées avec un angle de 75° présentaient un θ_i plus faible que le θ_i des éprouvettes traitées avec un angle de 90° .

- 88% des éprouvettes traitées avec une granulométrie de 200/300 présentaient un θ_i plus faibles que le θ_i des éprouvettes traitées avec les deux autres granulométries (G90/150, G70/110).

Pour un F-Fisher $F_0 = 0.44 < F = 3.08$ et un T-Student $T_0 = 1.37 < T = 2.05$, l'analyse statistique des deux moyennes des θ_i générés par les traitements G200/300.A90.P6 et G200/300.A75.P6 a révélé que les valeurs moyennes des deux angles de contact sont égales. Par conséquent, les éprouvettes traitées par les configurations de sablage G200/300.A75.P6 et G200/300.A90.P6 présentaient le θ_i le plus faible et la mouillabilité la plus importante à l'iodure de méthylène.

Angle de contact de l'eau distillée (θ_e)

D'après l'analyse statistique des résultats donnés dans les tableaux 6, 20, 21 et 22, 92% des éprouvettes présentaient un θ_e plus faible après le traitement de sablage. Dans le cas de ces éprouvettes :

- 75% des éprouvettes traitées avec une pression de 6×10^5 Pa présentaient un θ_e plus faible que le θ_e des éprouvettes traitées avec une pression de 5×10^5 Pa.

- 50% des éprouvettes traitées avec un angle de 75° présentaient un θ_e plus faible que le θ_e des éprouvettes traitées avec un angle de 90° .

- 100% des éprouvettes traitées avec une granulométrie de sable de 70/110 présentaient un θ_e plus faibles que le θ_e des éprouvettes traitées avec les deux autres granulométries (G200/300, G90/150).

Les éprouvettes traitées par sablage G70/110.A75.P6 présentaient le θ_e le plus faible et la mouillabilité la plus importante à l'eau distillée. Dans le cas de ces éprouvettes, θ_e augmentait de 600% par rapport au θ_e des éprouvettes non-traitées (Tableau 6).

b. Energie libre de surface

D'après l'analyse statistique des résultats donnés dans les tableaux 7, 23, 24 et 25, 100% des éprouvettes étudiées présentaient une énergie libre de surface plus importante après le traitement de sablage. L'énergie libre de surface de l'acier variait en fonction des paramètres de sablage choisis.

- La variation de la pression de sablage avait un effet sur l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé dans 67% des cas étudiés (Tableau 14).

- La variation de l'angle de sablage avait un effet sur l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé dans 83% des cas étudiés.

-La variation de la granulométrie de sable avait un effet sur l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé dans 100% des cas étudiés.

Dans les cas où la variation des paramètres de sablage avait un effet sur l'énergie libre de surface :

-Les éprouvettes traitées avec une pression de 6×10^5 Pa présentaient des énergies libres de surface plus importantes que les éprouvettes traitées avec une pression de 5×10^5 Pa.

-Les éprouvettes traitées avec la granulométrie de sable la plus faible (G70/110) présentaient les énergies libres de surface les plus importantes (Figure 27).

3.3.3. Discussion

Le traitement de sablage et la variation de ses paramètres ont un effet sur la mouillabilité et l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé. Les éprouvettes traitées avec une pression de sablage de 6×10^5 Pa enregistraient une amélioration au niveau de leur mouillabilité par rapport à l'eau distillée et l'iodure de méthylène. Ces résultats coïncident avec les résultats trouvés par Mukai et al. [54] où une pression relativement élevée (7×10^5 Pa) améliorait la mouillabilité de l'alliage de Nichrome et Ag-Pd. La même chose était notée pour les éprouvettes traitées avec un angle de sablage de 75° . Ces éprouvettes présentaient une mouillabilité plus élevée à l'eau distillée et l'iodure de méthylène que les éprouvettes traitées avec un angle de 90° . Les éprouvettes traitées avec le sable de verre G200/300 présentaient une mouillabilité élevée à l'iodure de méthylène et les éprouvettes traitées avec le sable de verre G70/110 présentaient une mouillabilité élevée à l'eau distillée. Le traitement de sablage améliorait l'énergie libre et la composante polaire de la surface de l'acier galvanisé dans les pluparts des cas étudiés (Tableau 14). La composante polaire est engendrée par les interactions chimiques de type hydrogène qui présente les forces d'interaction les plus importantes au niveau de l'interface du collage. Les surfaces ayant une énergie libre et une composante polaire simultanément élevées possèdent des bonnes aptitudes d'adhésion [43].

2. Traitement chimique de surface

L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet d'un traitement chimique par un primaire de surface sur les propriétés d'adhésion de l'acier galvanisé. Deux primaires de surface, de type silane A174 fourni par VWR et GALVAPRIMAIRE 1L UN 1263 LQ fourni par Watco, étaient appliqués sur des éprouvettes en acier galvanisé non-traitées et des éprouvettes sablées

avec la configuration de sablage G90/150.A90.P5 comme cela est spécifiée dans le Tableau 26. Un traitement chimique par un primaire de surface n'a pas d'impact sur l'aspect mécanique de la surface, principalement la rugosité et le profil géométrique. Par conséquent, notre étude était limitée à l'effet des deux primaires sur la mouillabilité et l'énergie libre de surface. Le Tableau 27 présente les résultats de mesures de l'angle de contact et de l'estimation de l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive de l'acier après les différents traitements de surface mécaniques et/ou chimiques appliqués (Tableau 26). Nous pouvons conclure de ce tableau que l'application de silane ou du galvaprimage génère une amélioration de l'énergie libre de surface de l'acier (tableaux 7 et 27). Les éprouvettes sablées avaient une énergie libre de surface ($\gamma_s^t = 62.5 \pm_{1.67}^{1.61}$ mN/m) statistiquement comparable ($F = 0.35 < F_{n_2-1}^{n_1-1} = 3.05$ et $T = 1.63 < T_{n_1+n_2-2; \alpha/2} = 2.05$) à l'énergie libre de surface des éprouvettes traitées par silane ($\gamma_s^t = 63.32 \pm_{0.99}^{0.95}$ mN/m). La combinaison de ces deux traitements améliorait l'énergie libre de surface de 34% par rapport au brut (Tableau 7) et de 6% par rapport aux éprouvettes traitées soit par sablage soit par silane (Tableaux 24 et 27). Bien que les éprouvettes traitées par sablage (Sb) et les éprouvettes traitées par silane (S) présentent la même énergie libre de surface, la composante polaire de la surface des éprouvettes traitées par sablage (Sb) (Tableau 24) était 2,5 fois plus grande que la composante polaire des éprouvettes traitées par silane (S) (Tableau 27). Par conséquent, les éprouvettes générées par les deux traitements avaient la même énergie libre de surface mais un comportement thermodynamique différent. En appliquant le silane sur l'acier traité par sablage, la composante polaire diminuait de 50% par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage (Sb). Les éprouvettes traitées par sablage (Sb) présentaient la composante polaire la plus élevée avec une augmentation de 182% par rapport au brut (Tableau 7).

Le même constat était noté pour le Galvaprimage (G), l'application de cet agent de couplage améliorait la composante polaire, la composante dispersive et l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé de 105%, 24% et 71% respectivement par rapport aux éprouvettes non-traitées. L'application du Galvaprimage après le traitement de sablage (Sb + G) améliorait l'énergie libre de surface de 47%, 2% et 17%, respectivement, par rapport : aux éprouvettes non-traitées (Ref), aux éprouvettes traitées par Galvaprimage (G) et aux éprouvettes traitées par sablage (Sb). Toutefois, les éprouvettes traitées par sablage (Sb) présentaient une composante polaire plus importante que les éprouvettes traitées soit par Galvaprimage (G) soit par sablage et Galvaprimage (Sb + G) (Tableau 27). Par conséquent, l'application du

Galvaprimaire après le traitement de sablage altérerait la composante polaire de l'énergie libre de surface.

Tableau 26: Traitements chimiques et/ou mécaniques de la surface d'acier galvanisé.

Traitement de surface	Désignation
Aucun	Ref
Sablage G90/150.A90.P5	Sb
Galvaprimaire	G
Sablage (G90/150.A90.P5) + Galvaprimaire	Sb + G
Silane A174	S
Sablage (G90/150.A90.P5) + Silane A174	Sb + S

Tableau 27: Angles de contact mesurés ainsi que l'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive estimées pour l'acier galvanisé traité selon Tableau 26.

Paramètres	G	Sb + G	S	Sb + S
θ_i	23.13 ± 1.08	14.96 ± 1.27	16.81 ± 1.48	17.21 ± 1.28
θ_e	27.37 ± 1.5	30.37 ± 1.88	49.76 ± 1.41	43.24 ± 1.36
γ_s^p	$25.04 \pm_{0.7}^{0.67}$	$24.14 \pm_{0.61}^{0.69}$	$14.66 \pm_{0.6}^{0.59}$	$18.10 \pm_{0.62}^{0.58}$
γ_s^d	$46.80 \pm_{0.37}^{0.35}$	$49.09 \pm_{0.7}^{0.27}$	$48.56 \pm_{0.29}^{0.45}$	$48.55 \pm_{0.34}^{0.32}$
γ_s^t	$71.84 \pm_{1.07}^{1.03}$	$73.23 \pm_1^{0.97}$	$63.32 \pm_{0.99}^{0.95}$	$66.65 \pm_{0.96}^{0.89}$

II. Composite lin/époxy

L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet de traitement mécanique de surface par sablage, par polissage ou bien par tissu d'arrachage, sur la topographie, la rugosité surfacique, la mouillabilité et l'énergie libre de surface du composite lin/époxy.

1. Traitement de surface

Des plaques en composite lin/époxy étaient découpées en des éprouvettes de dimension $25 \times 100 \times 2.7 \text{ mm}^3$ avec la chaîne dans la direction de l'axe de l'éprouvette. Les éprouvettes étaient divisées en 6 groupes de 10. Chaque groupe a suivi un traitement de surface spécifique (Tableau 28). Dans le groupe 1, les éprouvettes ont suivi un dégraissage manuel avec de l'éthanol. Les éprouvettes de groupe 2 ont suivi un polissage par papier abrasif SiC 180

durant 30s sur une machine de polissage de type Struers-Tagramin avec une vitesse de rotation de 300 tr/min. Dans les groupes 3, 4 et 5, les éprouvettes ont suivi un traitement de sablage avec le même équipement utilisé dans le traitement de sablage de l'acier galvanisé. La pression et l'angle de sablage étaient fixés à 5×10^5 Pa et 90° respectivement. Différentes granulométries de sable de verre étaient utilisées pour chaque groupe comme c'est illustré dans le Tableau 28. Dans le groupe 6, un tissu d'arrachage en polyamide PA80-Diatex était appliqué sur la surface de la plaque composite avant le cycle de cuisson et arraché juste après la polymérisation de la plaque. Toutes les éprouvettes étaient nettoyées avec un pistolet d'air comprimé puis dégraissées manuellement avec de l'éthanol.

Tableau 28: Traitement de surface du composite lin/époxy.

N° de groupe	Traitement de surface	Désignation
1	Aucun	Brut
2	Papier abrasive SiC 180	PA180
3	Sablage G200/300.A90.P5	G200/300.A90.P5
4	Sablage G90/150.A90.P5	G90/150.A90.P5
5	Sablage G70/150.A90.P5	G70/110.A90.P5
6	Tissu d'arrachage en polyamide PA80-Diatex	TA-PA

2. Évaluation de l'état de surface après le traitement

2.1. Examen microscopique

La topographie de la surface du composite lin/époxy avant et après traitement de surface (Tableau 28), était évaluée par un microscope optique de type ZEISS Axiotech HALL 100 (avec un agrandissement $\times 32$) comme cela est illustré dans la Figure 30. D'après cette figure, la topographie de surface de ce matériau variait en fonction du traitement appliqué. Dans la Figure 30(b), les éprouvettes traitées par le tissu d'arrachage présentaient une surface régulière et couverte en époxy. Toutefois, dans le cas des éprouvettes traitées par sablage et par polissage, une exposition des fibres de lin a eu lieu au niveau de la surface (Figure 30(d), 30(e) et 30(f)). Ces résultats coïncident avec la littérature [7, 8, 10, 38]. Les traitements de sablage G200/300.A90.P5 et G70/110.A90.P5 généraient l'endommagement des fibres de lin comme cela est illustré dans les figures 30(d), 30(f) et 31. Des résidus de sablage sont

observés dans le cas des éprouvettes traitées avec la configuration G90/150.A90.P5 (Figure 30(e)). D'après la Figure 30(c), le polissage a rendu la surface du composite plus lisse. Nous remarquons aussi la présence des stries engendrés par les grains de papier abrasif.

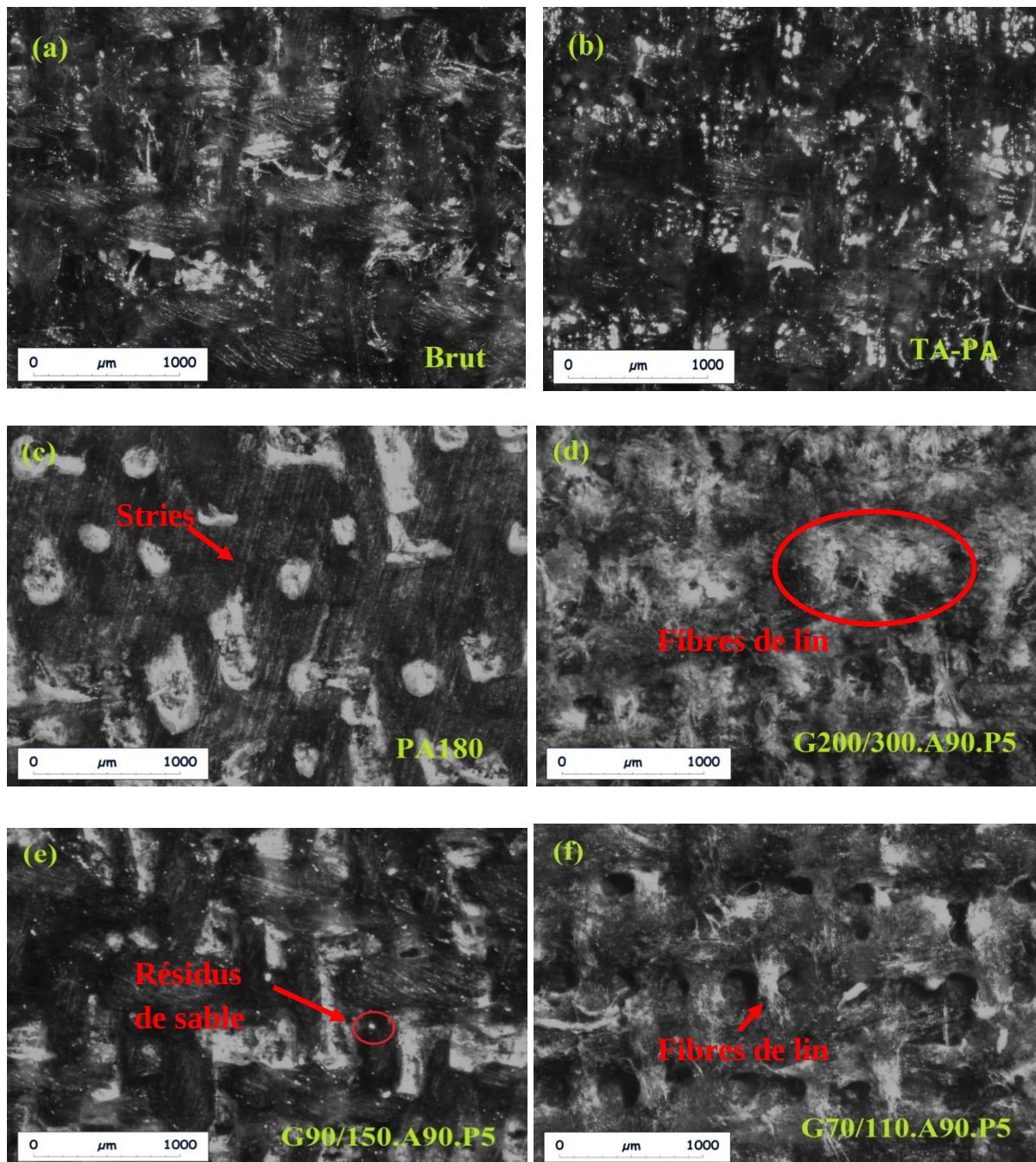


Figure 30 : Images optiques de la texture du composite lin/époxy après différents traitements de surface $\times 32$, (a) Brut, (b) Tissu d'arrachage (TA-PA), (c) Polissage (PA SiC 180), (d) sablage G200/300.A90.P5, (e) sablage G90/150.A90.P5, (f) sablage G70/110.A90.P5.

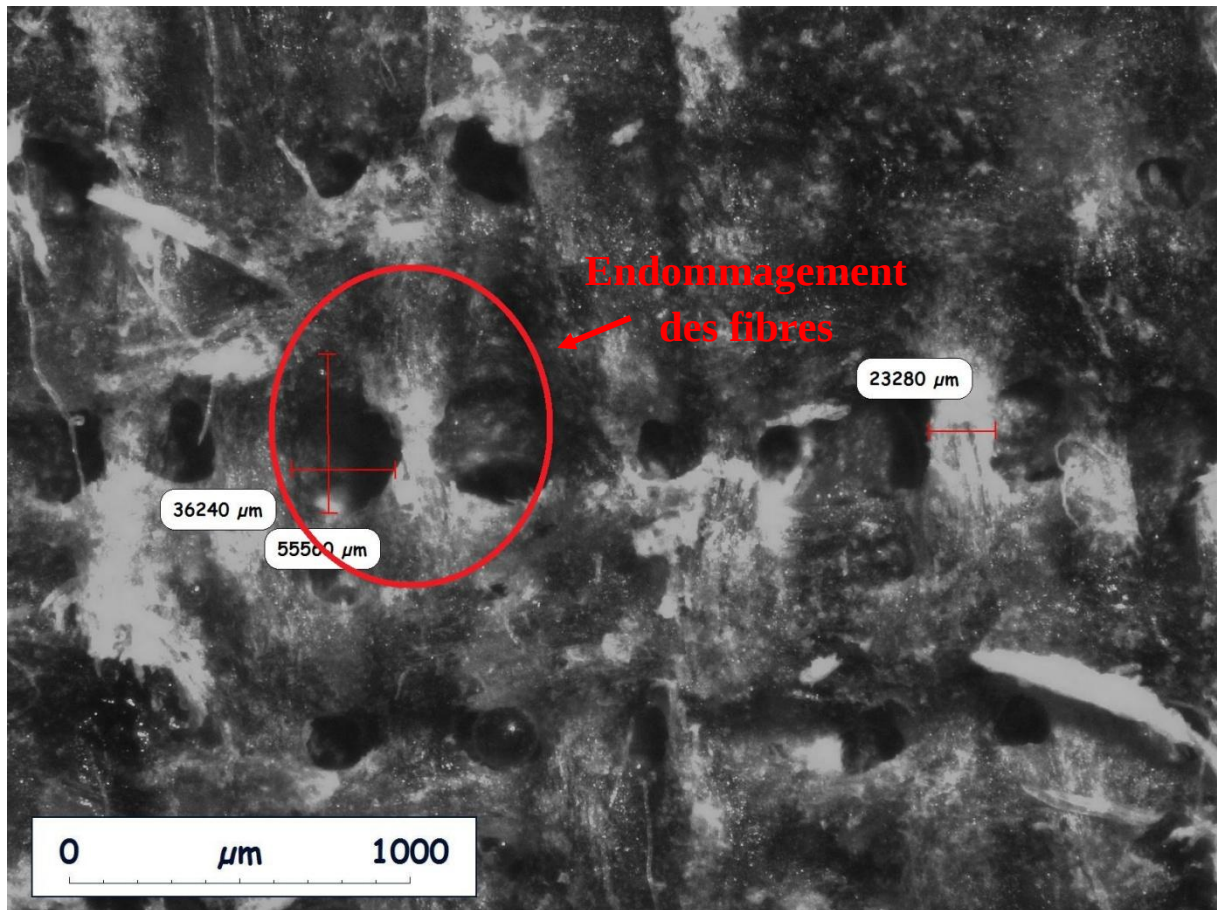


Figure 31: Image optique d'une surface de composite lin/époxy traitée par le sablage G70/110.A90.P5

2.2. Hauteur moyenne arithmétique

Les mesures de la hauteur moyenne arithmétique (S_a) du composite lin/époxy après traitement de surface (Tableau 28) sont faites de la même manière que la section II.1.2. du chapitre 2. Les résultats de mesure de S_a sont donnés dans le Tableau 29. D'après ce tableau, tous les traitements de surface testés ont rendu la surface du composite lin/époxy plus rugueuse à l'exception du polissage. Les éprouvettes traitées par polissage présentaient la hauteur moyenne arithmétique (S_a) la plus faible ($S_a = 8.91 \pm 0.06 \mu\text{m}$) et les éprouvettes traitées par sablage G200/300.A90.P5 présentaient la hauteur moyenne arithmétique (S_a) la plus importante ($S_a = 40.36 \pm 1.50 \mu\text{m}$). Ainsi, plus la granulométrie de sable de verre était importante, plus S_a était élevée. Les mêmes résultats étaient reportés par Bechikh et al. [100] où plus la granulométrie de sable de verre était importante, plus la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé traité par sablage était élevée.

Tableau 29: Hauteur moyenne arithmétique (Sa) mesurée du composite lin/époxy après différents traitement.

Traitement de surface	Sa (μm)
Aucun	24.53 ± 0.72
Papier abrasive SiC 180	8.91 ± 0.06
Sablage G200/300.A90.P5	40.36 ± 1.50
Sablage G90/150.A90.P5	33.99 ± 0.86
Sablage G70/150.A90.P5	31.42 ± 1.37
Tissu d'arrachement en polyamide PA80-Diatex	27.24 ± 0.325

2.3. Mouillabilité et énergie libre de surface

L'énergie libre de surface du composite lin/époxy était évaluée en adoptant la même méthode de la section I.2.3. du chapitre 2. Les résultats de ce travail sont donnés dans les figures 32 et 33 et les tableaux 30 et 31. D'après ces tableaux, tous les traitements mécaniques de surface testés amélioraient la mouillabilité et l'énergie libre de surface du composite lin/époxy. Les éprouvettes traitées par sablage présentaient la meilleure mouillabilité à l'eau distillée et à l'iodure de méthylène. L'angle de contact de l'iodure de méthylène du composite a passé de $49.86^\circ \pm 1.29$ dans le cas des éprouvettes non-traitées à 0° dans le cas des éprouvettes traitées par sablage. Cela est probablement lié à l'exposition des fibres de lin au niveau de la surface traitée par sablage.

D'après le Tableau 31, les éprouvettes traitées par sablage présentaient une énergie libre de surface et une composante dispersive plus importantes que les éprouvettes traitées par polissage et par le tissu d'arrachage. Nous remarquons que la mouillabilité et l'énergie libre de surface du composite varient en fonction de la granulométrie du sable de verre utilisée pour le sablage. Les éprouvettes traitées par sablage G200/300.A90.P5 présentaient l'énergie libre de surface la plus élevée.

Après traitement de surface, le composite lin/époxy présentait une énergie libre de surface plus importante que l'énergie libre de surface de la colle acrylique. Par conséquent, nous avons réussi à travers ces traitement à améliorer la mouillabilité de la surface du composite à la colle.

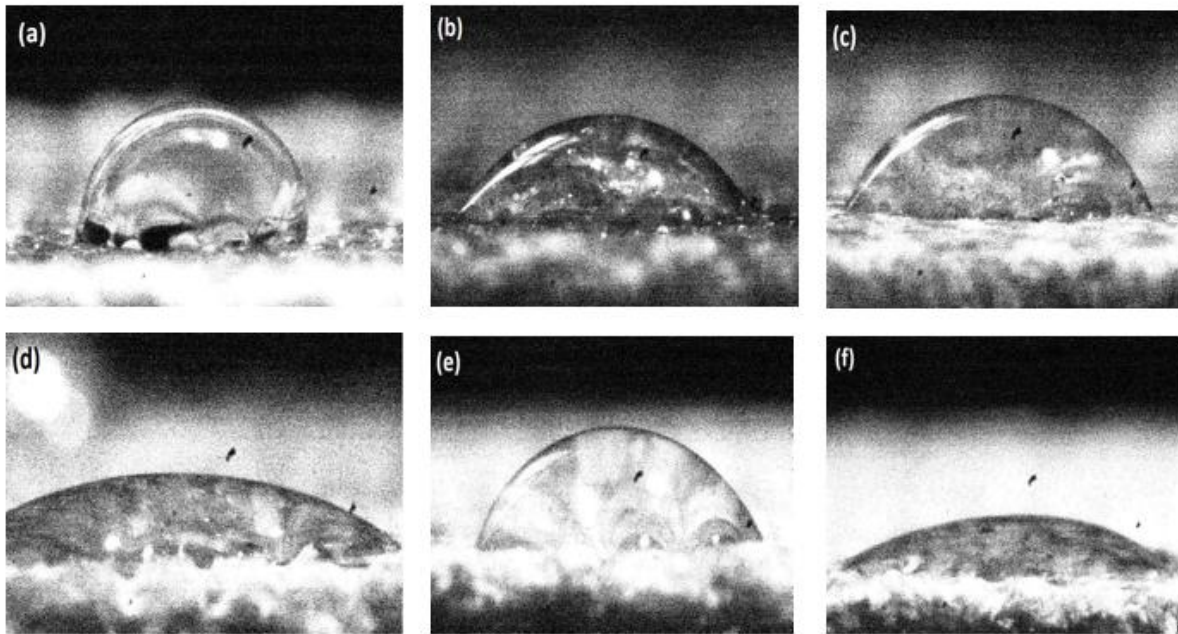


Figure 32: Gouttelettes de l'eau distillée déposées sur la surface du composite lin/époxy (a) non-traité, traité par (b) tissu d'arrachage, (c) polissage, (d) sablage 70/110, (e) sablage 90/150 et (f) sablage 200/300.

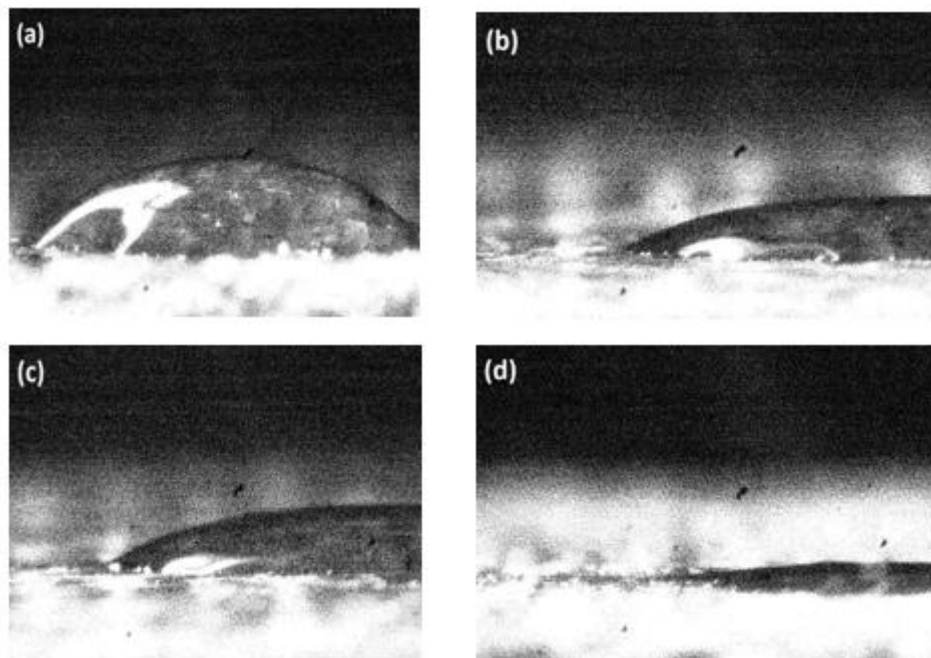


Figure 33: Gouttelettes de l'iodure de méthylène déposés sur la surface du composite lin/époxy (a) non-traité, traité par (b) tissu d'arrachage, (c) polissage et (d) sablage.

Tableau 30: Angles de contact mesurés après différents traitements de surface du composite lin/époxy.

Traitement de surface	$\theta_e(^{\circ})$	$\theta_i(^{\circ})$
Aucun	83.54 ± 1.55	49.86 ± 1.29
Papier abrasive 180	62.17 ± 0.99	25.82 ± 0.36
Sablage G200/300.A90.P5	20.32 ± 0.44	0
Sablage G90/150.A90.P5	63.04 ± 0.56	0
Sablage G70/150.A90.P5	29.18 ± 1.38	0
Tissu d'arrachement en polyamide PA80-Diatex	48.36 ± 1.01	29.65 ± 0.96

Tableau 31: Estimations d'énergie libre de surface et ses composantes polaire et dispersive du composite lin/époxy après différents traitements de surface.

Traitement de surface	$\gamma_s^p(\text{mN/m})$	$\gamma_s^d(\text{mN/m})$	$\gamma_s^t(\text{mN/m})$
Aucun	$3.38 \pm_{0.35}^{0.36}$	34.35 ± 0.72	$37.73 \pm_{0.71}^{1.44}$
Papier abrasive 180	$9.30 \pm_{0.43}^{0.44}$	$45.86 \pm_{0.14}^{0.13}$	$55.15 \pm_{0.56}^{0.57}$
Sablage G200/300.A90.P5	$27.22 \pm_{0.15}^{0.14}$	50.8	$78.02 \pm_{0.15}^{0.14}$
Sablage G90/150.A90.P5	$7.55 \pm_{0.24}^{0.25}$	50.8	$58.35 \pm_{0.24}^{0.25}$
Sablage G70/150.A90.P5	$23.88 \pm_{0.59}^{0.58}$	50.8	$74.69 \pm_{0.6}^{0.57}$
Tissu d'arrachement en polyamide PA80-Diatex	$17.05 \pm_{0.4}^{0.39}$	$44.37 \pm_{0.4}^{0.38}$	61.41 ± 0.79

III. Conclusion

Dans ce chapitre, l'effet des différents traitements de surface sur les qualités d'adhésion de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy a été étudié.

Pour l'acier galvanisé, l'impact de la variation des paramètres de sablage, tels que la granulométrie de sable, la pression et l'angle de sablage, sur la composition chimique, la rugosité et l'énergie libre de surface de ce dernier, a été évalué. Les essais expérimentaux ont révélé que la variation de ces paramètres avait un effet sur l'aspect physique et chimique de la surface de l'acier. L'acier traité avec la pression de sablage la plus élevée et/ou la granulométrie de sable la plus grande présentait une rugosité de surface importante. La variation de l'angle de sablage n'avait pas un effet important sur la rugosité de surface de ce matériau. L'acier traité avec la granulométrie de sable la plus petite présentait une composante polaire et une énergie libre de surface élevées. La granulométrie de sable choisie pour le traitement de sablage avait un effet plus important sur la qualité de surface produite que l'angle et la pression de sablage. L'acier traité par sablage présentait une surface plus homogène, en termes de rugosité et composition chimique, et une énergie libre ainsi qu'une composante polaire plus élevées que l'acier non-traité. L'application du primaire de surface sur un acier non-traité améliorait sa mouillabilité et son énergie libre de surface. Toutefois, un traitement de sablage suivi d'une application d'un primaire de surface engendrait la diminution de la composante polaire de l'acier par rapport à celui traité uniquement par sablage. Le traitement de sablage présentait quelques effets indésirables tels que des microfissures et des résidus de sable au niveau de la surface traitée.

Quant au composite lin/époxy, les traitements mécaniques de surface, notamment le polissage, le sablage et le tissu d'arrachage, avaient un effet sur la hauteur arithmétique moyenne (S_a), la topographie et l'énergie libre de surface de ce matériau. Les éprouvettes traitées par sablage présentaient la rugosité, l'énergie libre de surface et la composante dispersive les plus élevées. La qualité de surface produite par ce traitement variait en fonction de la granulométrie de sable de verre utilisée. Les éprouvettes traitées par le tissu d'arrachage présentaient une surface homogène et couverte de la résine époxy. Les éprouvettes traitées par sablage ou par polissage présentaient des surfaces non-homogènes avec une exposition des fibres de lin à l'extérieur. Ces traitements généraient quelques effets indésirables tels que l'endommagement des fibres de lin et la présence des résidus des grains abrasifs au niveau de la surface traitée.

Après avoir identifié l'effet des différents traitements mécaniques et/ou chimiques sur les propriétés de surface de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy, l'évaluation de la résistance à la rupture des collages acier/acier, composite/composite et acier/composite par des essais mécaniques présente l'étape suivante de ce travail de recherche. L'objectif de ces essais est d'évaluer les aptitudes d'adhésion des surfaces générées par les différents traitements appliqués afin d'identifier le(s) traitement(s) de surface adéquat(s) pour l'acier galvanisé et le composite lin/époxy. Ce travail fera le sujet du chapitre 4.

Chapitre 4 - Tenue des assemblages collés

L'objectif de ce chapitre est d'évaluer l'effet de différentes procédures de préparation de surface (détaillées dans le chapitre 3) de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy sur l'adhérence de leur assemblage par collage. Afin d'identifier le traitement de surface qui confère les meilleures qualités d'adhésion à chaque matériau, des essais de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) étaient réalisés sur des collages en acier/acier et en composite/composite. Une fois le traitement le plus performant était identifié pour chaque matériau, des essais de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) ont été effectués sur des collages en acier/composite afin d'évaluer la résistance de ce collage sous des conditions environnementales différentes. A la fin de ce chapitre, une évaluation par simulation numérique de l'essai de cisaillement SLJ des collages en acier/composite et en acier/acier était réalisée dans l'objectif d'évaluer l'impact de la différence des rigidités de l'acier et du composite sur le déroulement de l'essai.

I. Essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) – Collage en acier/acier

1. Effet du traitement mécanique par sablage

Après les différents traitements de sablage réalisés sur l'acier galvanisé dans la section I.1. du chapitre 3 (Tableau 14), toutes les éprouvettes traitées étaient assemblées avec de la colle acrylique 9088-200 dans les 4 heures qui suivaient le moment du traitement (norme ISO 17212 [39]). En accord avec la norme EN 2243-1 [80] et ISO 4587 [81], les dimensions de ces dernières étaient fixées à $25 \times 100 \times 2 \text{ mm}^3$ avec une surface du collage de $25 \times 12.5 \text{ mm}^2$ (Figure 34). Les éprouvettes étaient assemblées sous une température ambiante de 23°C et avec une pression de $4 \times 10^5 \text{ Pa}$. A cette pression l'épaisseur de colle était réduite de 0.2 mm à $0.1 \pm 0.01 \text{ mm}$. Les essais de cisaillement SLJ étaient réalisés sur une machine de traction Zwick/Roel avec une vitesse de traction de 2 mm/min et une cellule de force de 2.5 kN. Pour que l'effort de traction soit symétrique et localisé dans la zone du collage, deux cales étaient ajoutées aux extrémités de l'éprouvettes SLJ en acier/acier (Figure 34). Tous les tests étaient réalisés après 48 heures de la procédure d'assemblage avec 5 éprouvettes SLJ consacrées pour chaque méthode de sablage (Tableau 14). La résistance au cisaillement des

collages en acier/acier est la force de rupture du collage fourni par la machine de traction divisée par la surface du collage.

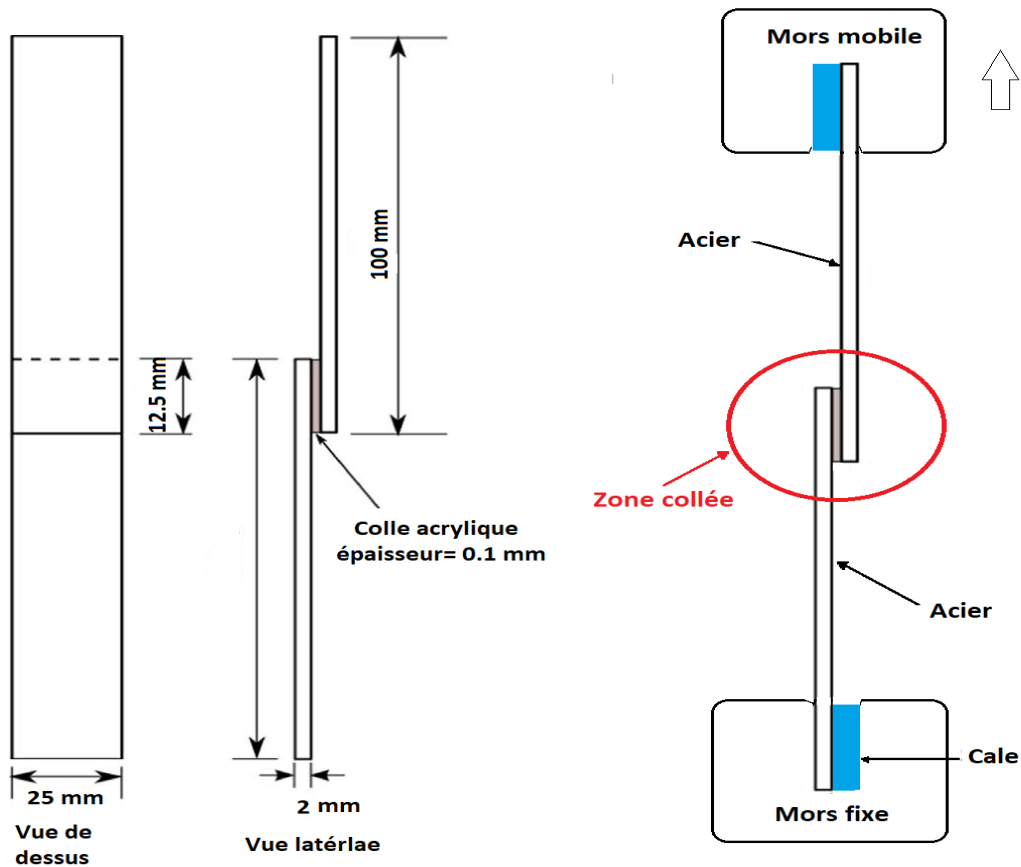


Figure 34: Essai de cisaillement à simple recouvrement- Collage SLJ en acier/acier.

Les résultats des essais de cisaillement SLJ des collages en acier/acier sont donnés dans les tableaux 32 et 33. Ces résultats étaient analysés par la méthode de comparaison de deux moyennes de la section I.3.3.1 du chapitre 3. L'analyse statistique a révélé que le traitement de sablage améliorait la résistance au cisaillement des assemblages en acier/acier dans 83% des cas étudiés.

Dans 66% des essais de cisaillements réalisés, les éprouvettes traitées avec un angle de sablage de 75° avant le collage présentaient une résistance au cisaillement plus importante que les éprouvettes traitées avec un angle de 90° et dans 83% des essais de cisaillements réalisés, les éprouvettes traitées avec une pression de sablage de 5×10^5 Pa avant le collage présentaient une résistance au cisaillement plus importante que les éprouvettes traitées avec une pression de sablage de 6×10^5 Pa.

100% des éprouvettes traitées avec du sable de verre de granulométries G90/150 présentait une résistance au cisaillement plus importante que les éprouvettes traitées avec les deux autres granulométries (G70/110, G200/300). La variation de la granulométrie de sable avait un effet plus important sur la résistance au cisaillement des collages en acier/acier que la pression et l'angle de sablage. Les éprouvettes traitées par sablage G90/150.A90.P5 et G90/150.A75.P5 présentaient la meilleure résistance au cisaillement.

Les éprouvettes traitées avec la granulométrie la plus petites (G70/110) présentaient les énergies libres de surface les plus importantes (tableaux 23, 24 et 25) mais la résistance au cisaillement la plus faible (Tableau 33). Par conséquent, l'énergie libre de surface n'avait pas un effet important sur la résistance au cisaillement des collages en acier/acier. Les Figures 35, 36 et 37 représentent la variation de la résistance au cisaillement et la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé en fonction du traitement de sablage appliqué (Tableau 14). D'après ces figures, nous remarquons que les éprouvettes ayant une rugosité moyenne relativement faible présentaient une résistance au cisaillement importante. Une rugosité de surface très élevée peut éventuellement altérer la résistance des assemblages collés comme c'est le cas des éprouvettes traitées avec G200/300.A90.P6, où les surfaces les plus rugueuses ($R_a = 1.58 \pm 0.1 \mu\text{m}$) présentaient la résistance au cisaillement la plus faible ($T_i = 0.66 \pm 0.01 \text{ MPa}$).

Tableau 32: Résistance au cisaillement des assemblages en acier/acier non-traités.

Résistance au cisaillement	Acier galvanisé non-traité
$T_i \text{ (MPa)}$	0.64 ± 0.02

Tableau 33: Résistance au cisaillement des assemblages en acier/acier après les différents traitements de sablage.

$T_i \text{ (MPa)}$	A90.P6	A90.P5	A75.P6	A75.P5
G200/300	0.66 ± 0.01	0.67 ± 0.04	0.73 ± 0.02	0.77 ± 0.04
G90/150	0.73 ± 0.01	0.78 ± 0.01	0.75 ± 0.01	0.77 ± 0.01
G70/110	0.62 ± 0.01	0.70 ± 0.10	0.62 ± 0.02	0.73 ± 0.02

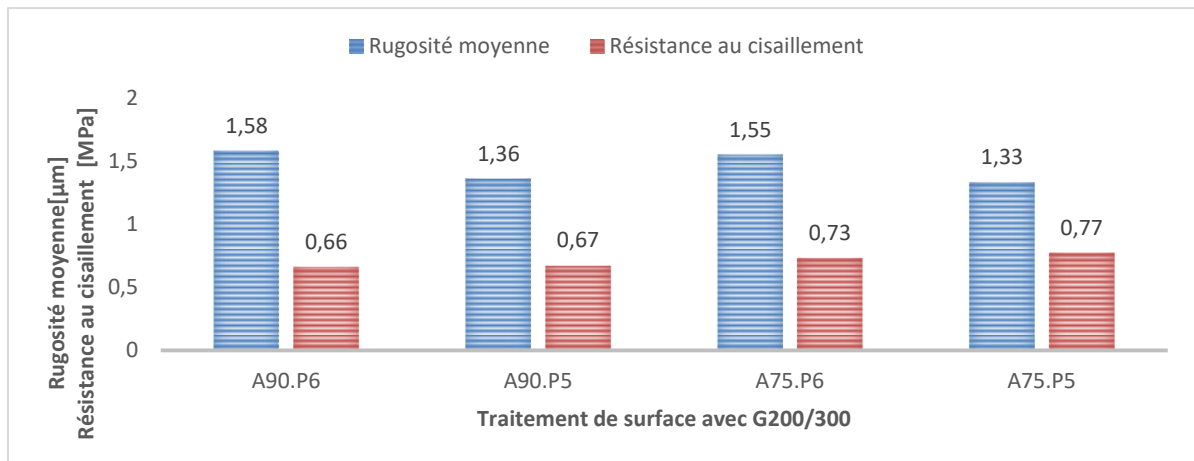


Figure 35: La résistance au cisaillement et la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec un sable de verre G200/300.

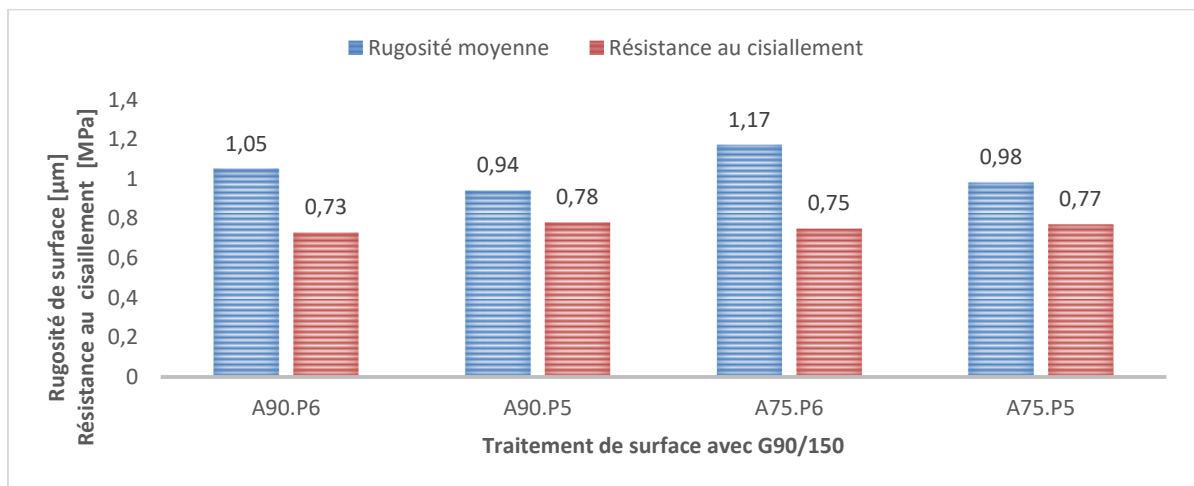


Figure 36: La résistance au cisaillement et la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec un sable de verre G90/150.

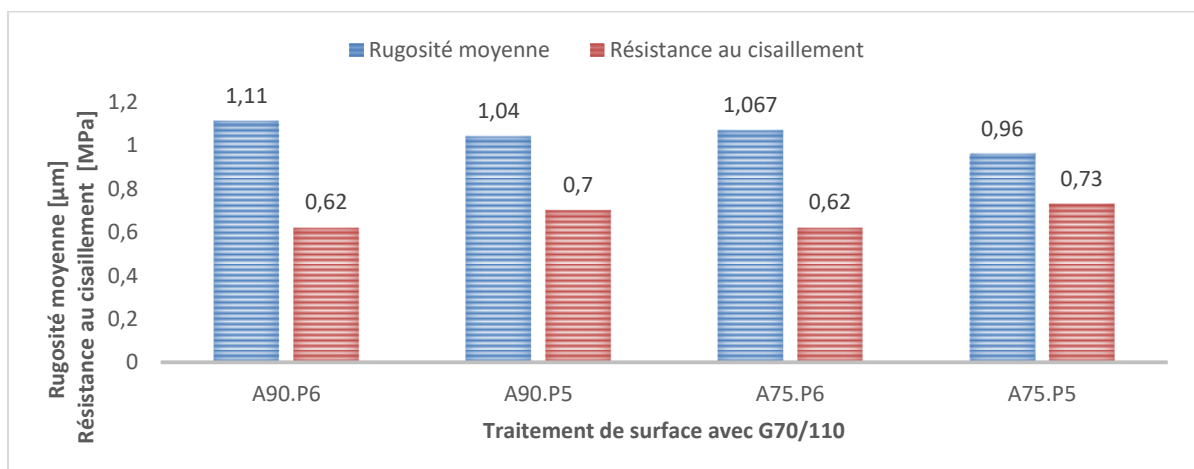


Figure 37: La résistance au cisaillement et la rugosité moyenne de la surface de l'acier galvanisé après un traitement de sablage avec un sable de verre G70/110.

2. Effet du traitement chimique par primaire de surface

L'application d'un primaire de surface après le traitement de sablage est recommandée [20] afin d'améliorer l'aspect chimique de la surface et favoriser les interactions chimiques de fortes énergies entre la colle et le substrat. Toutefois dans certains cas, cette combinaison de traitement altérerait à l'adhésion de certains collages [40, 41]. A cet effet, l'impact d'un traitement chimique par un primaire de surface, un traitement mécanique par sablage et la combinaison de ces deux traitements est évalué dans cette partie. Comme cela est donné dans le Tableau 34, les éprouvettes de la série 1 étaient dégraissées manuellement avec de l'éthanol, rincées avec de l'eau distillée et séchées pendant 10 min. La même procédure était appliquée aux éprouvettes de la série 2 mais avec l'application du Galvaprimaire juste après la procédure de dégraissage. Les éprouvettes de la série 3 ont subi uniquement un traitement mécanique par sablage de type G90/150.A90.P5. Une procédure identique de dégraissage était appliquée à ces éprouvettes après le traitement de sablage afin d'éliminer les résidus de sable présents au niveau de la surface. Quant à la série 4, les éprouvettes ont subies le même traitement de sablage appliqué à la série 3 mais avec l'application du Galvaprimaire juste après le sablage. L'assemblage des éprouvettes SLJ était fait de la même manière que celui de la section I.1. de ce chapitre. La pression d'assemblage était réduite à 1×10^5 Pa. L'épaisseur de colle engendrée par cette pression est de 0.19 ± 0.01 mm.

Tableau 34: Différents traitements appliqués sur la surface de l'acier galvanisé avant l'assemblage par collage.

N° Série	Traitement de surface	Notation
1	Nettoyage (l'éthanol + eau + séchage)	E
2	Nettoyage + Application du Galvaprimaire	E + G
3	Nettoyage + Sablage G90/150.A90.P5 + Nettoyage	E + Sb + E
4	Nettoyage + Sablage G90/150.A90.P5 + Nettoyage + Application du Galvaprimaire	E+ Sb + E + G

Les résultats de l'essai de cisaillements SLJ des collages en acier/acier après les différents traitements de surface appliqués (Tableau 34) sont illustrés dans le Tableau 35. En diminuant la pression d'assemblage des éprouvettes SLJ en acier/acier de 4×10^5 Pa à 1×10^5 Pa, l'épaisseur de la colle augmentait de 0.1 ± 0.01 mm à 0.19 ± 0.01 mm. Cette augmentation a

généralisé l'amélioration de la résistance au cisaillement des collages acier/acier (Tableaux 32, 33 et 35).

La résistance au cisaillement des collages en acier/acier, après un traitement par Galvaprimaire, augmentait de 7% par rapport au brut (Série 1) et la résistance au cisaillement des collages en acier/acier, après un traitement de sablage G90/150.A90.P5, augmentait de 18% par rapport au brut (Tableau 35). Par conséquent, le Galvaprimaire améliorait l'adhésion du collage en acier/acier mais pas autant que le sablage. Les éprouvettes traitées par sablage et par Galvaprimaire présentaient une résistance au cisaillement plus importante que les éprouvettes non-traitées mais moins importante que les éprouvettes traitées uniquement par sablage.

Dans le chapitre 3, l'application d'un primaire de surface sur les éprouvettes traitées par sablage G90/150.A90.P5 améliorait l'énergie libre de surface de 47% par rapport au brut et de 17% par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage G90/150.A90.P5. Néanmoins, cette combinaison de traitement engendrait la diminution de la composante polaire de 30% par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage (Tableau 27). Les éprouvettes traitées par sablage G90/150.A90.P5 présentaient la composante polaire et la résistance au cisaillement les plus élevées. Nous pouvons alors conclure que la composante polaire avait un effet important sur la résistance au cisaillement des assemblages en acier/acier.

Tableau 35: Résistance au cisaillement des collages en acier/acier après traitement de surface.

Traitement de surface	Contrainte de cisaillements τ_i (MPa)	Ecart en % par rapport à la référence
E	0.83 ± 0.01	Référence (Série 1)
E + G	0.89 ± 0.03	+ 7%
E + Sb + E	0.98 ± 0.02	+ 18%
E + Sb + E + G	0.92 ± 0.05	+ 9%

II. Essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) – Collage en composite/composite - Effet du traitement mécanique de surface

Les éprouvettes en composite lin/époxy étaient assemblées par collages dans les 4 heures qui suivaient les différents traitements de surface appliqués dans la section II.1. du chapitre 3 (Tableau 28). La même colle utilisée pour l'assemblage des éprouvettes en acier galvanisé était utilisée dans cette partie. Les éprouvettes étaient assemblées sous température ambiante de 23 °C avec une pression de 1×10^5 Pa. L'épaisseur de la colle après l'assemblage était réduite de 0.2 mm à 0.13 ± 0.10 mm. En accord avec la norme ISO 4587 [81], les éprouvettes avaient des dimensions de $25 \times 100 \times 2.7 \text{ mm}^3$ avec une surface du collage de $25 \times 12.5 \text{ mm}^2$. Un encastrement semblable aux éprouvettes SLJ en acier/acier a été utilisé et deux cales étaient ajoutées aux extrémités de l'éprouvettes SLJ en composite/composite afin de s'assurer que l'effort de traction soit symétrique et localisé dans la zone du collage (éliminer le couple). Les essais de cisaillement étaient réalisés sur une machine de traction Zwick/Roel avec une vitesse de traction de 2 mm/min et une cellule de force de 2.5kN. Tous les tests étaient réalisés après 48 heures de la procédure d'assemblage. La résistance au cisaillement des collages en composite/composite est la force de rupture de cet assemblage (fourni par la machine de traction) divisée par la surface du collage.

Les résultats de l'essai de cisaillement à simple recouvrement des collages en composite/composite sont donnés dans le Tableau 36. La Figure 38 représente les courbes de variation de la résistance au cisaillement des collages en composite/composite en fonction de l'allongement avant et après traitement de surface (Tableau 28). D'après cette figure et le Tableau 36, tous les traitements de surface testés amélioraient la résistance au cisaillement des collages en composite/composite. Les résistances au cisaillement (τ_i) les plus élevées étaient enregistrées pour les éprouvettes traitées par sablage. Des résultats similaires étaient rapportés par Sorrentino et al. [10]. D'après le chapitre 3, les éprouvettes en composite lin/époxy traitées par sablage étaient caractérisées par l'exposition des fibres de lin au niveau de la surface. Par conséquent, l'amélioration de la résistance au cisaillement des collages en composite/composite après sablage peut être attribué à une compatibilité chimique plus favorable entre les fibres de lin exposés au niveau de la surface et la colle que entre l'époxy et la colle. Ces éprouvettes étaient aussi caractérisées par la rugosité, l'énergie libre et la composante dispersive les plus élevées. La résistance au cisaillement des collages en composite/composite variait en fonction de la granulométrie de sable utilisé pour le sablage. Les éprouvettes traitées avec le sable de verre G90/150 présentaient une résistance au

cisaillement (τ_i) plus élevée que les éprouvettes traitées avec le sable de verre G70/110 et G200/300.

La figure 39 représente la variation de la résistance au cisaillement des collages en composite/composite en fonction de la composante dispersive du composite lin/époxy avant et après traitement de surface. Une régression linéaire qui traduit cette variation a été établie à travers la droite des moindres carrés $y = 0.0218x + 05606$. Cette droite représente 93% de la variation totale (Coefficient de détermination $R^2 = 0.9297$). D'après cette dernière, la résistance au cisaillement des collages en composite/composite augmentait en fonction de l'augmentation de la composante dispersive de la surface du composite.

Les faciès de rupture des collages en composite/composite après l'essai de cisaillement sont illustrés dans la Figure 38. Toutes les éprouvettes SLJ présentaient une rupture mixte (adhésive à l'interface colle/composite + cohésive de la colle) à l'exception des éprouvettes traitées par tissu d'arrachage qui ont présentaient une rupture adhésive à l'interface colle/composite.

Tableau 36: Résistance au cisaillement des collages en composite/composite avant et après traitement de surface.

Traitement de surface	Contrainte de cisaillements τ_i (MPa)	Ecart en % par rapport à la référence
Aucun	0.16 ± 0.04	Réf
Polissage - P.A SiC 180	0.40 ± 0.03	+ 150%
Sablage G200/300.A90.P5	0.51 ± 0.02	+ 219%
Sablage G90/150.A90.P5	0.56 ± 0.03	+ 250%
Sablage G70/150.A90.P5	0.54 ± 0.02	+ 238%
Tissu d'arrachage en polyamide PA80-Diatex	0.48 ± 0.04	+ 200%

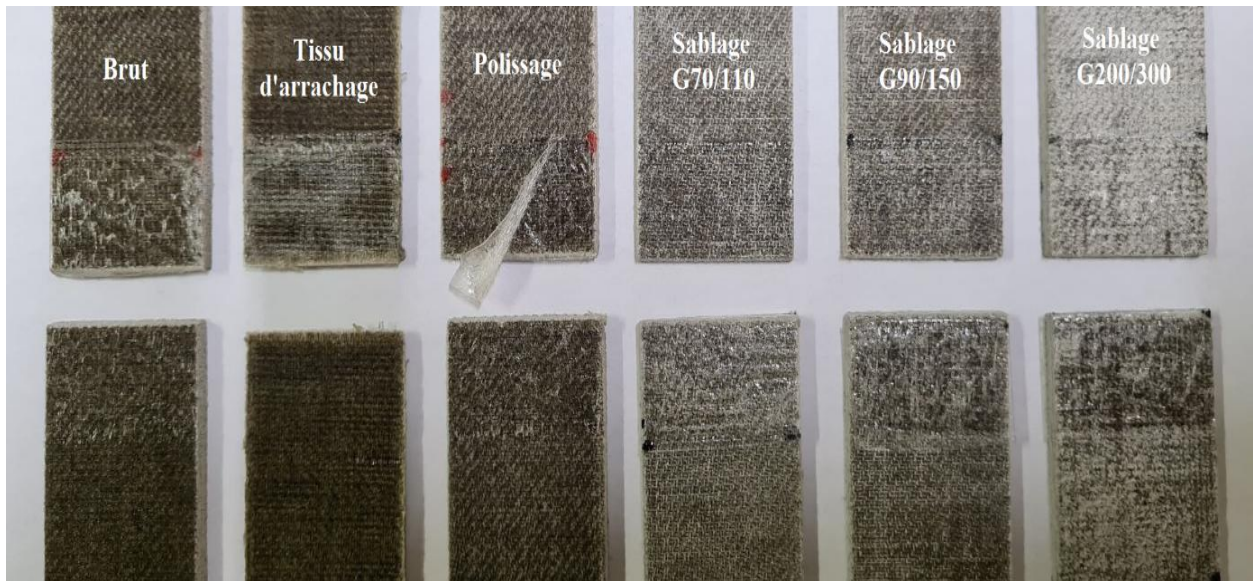


Figure 38: Faciès de rupture des collages en composite/composite après l'essai de cisaillement à simple recouvrement SLJ.

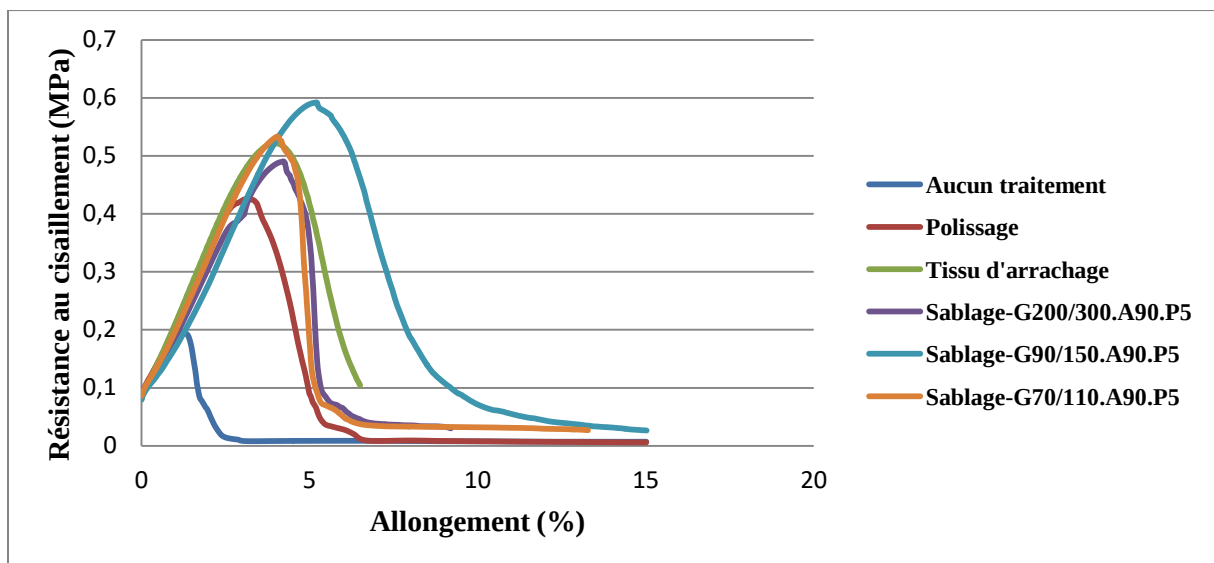


Figure 39: Courbes de variation de la contrainte au cisaillement des collages en composite/composite en fonction de la déformation pour différents traitements de surface appliqués avant l'assemblage.

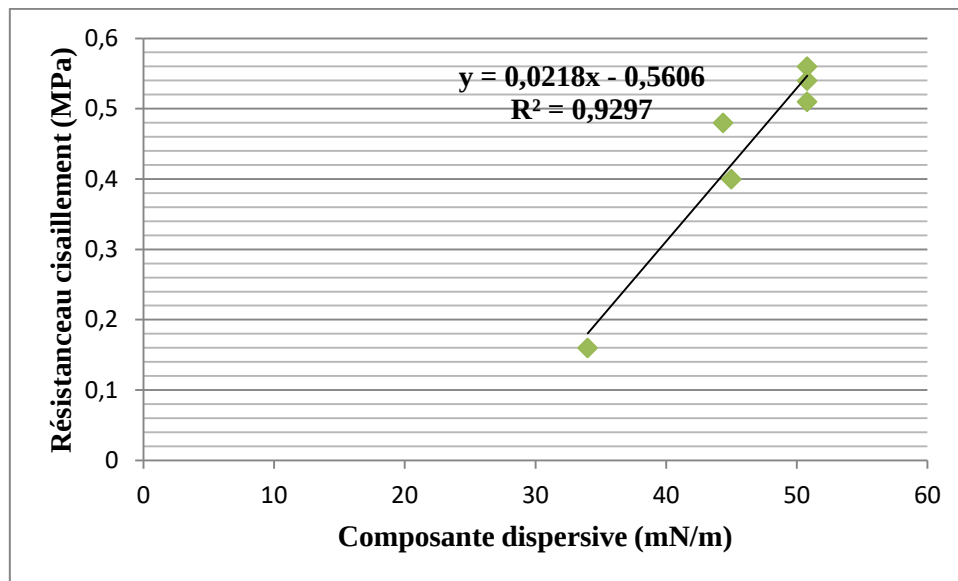


Figure 40: Variation de la résistance au cisaillement des collages en composite/composite en fonction de la composante dispersive de l'énergie libre de surface du composite lin/époxy avant et après traitement de surface.

III. Essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) – Collage en composite/acier

D'après les résultats des essais de cisaillement des assemblages en acier/acier et en composite/composite donnés dans les sections I et II de ce chapitre, le traitement de sablage G90/150.A90.P5 conférait à l'acier et au composite les meilleures propriétés d'adhésion. Dans cette partie nous allons évaluer l'effet du traitement mécanique par sablage G90/150.A90.5, l'effet du traitement chimique par silane A174 et la combinaison de ces deux traitements (sablage + silane) sur la résistance au cisaillement des assemblages en acier/composite. A cet effet, 4 groupes des éprouvettes SLJ en acier/composite, avec 5 éprouvettes par groupe, étaient préparées. Comme cela est illustré dans le Tableau 37, les éprouvettes en acier et en composite de groupe 1 n'ont subi aucun traitement avant l'assemblage par la colle acrylique 9088-200. Dans le groupe 2, les éprouvettes en acier galvanisé ont subi un traitement chimique par le silane A174 et les éprouvettes en composite lin/époxy n'ont subi aucun traitement. Dans le groupe 3, les éprouvettes en acier et en composite ont subi un traitement mécanique par sablage G90/15.A90.P5. Finalement dans le groupe 4, les éprouvettes en acier ont subi un traitement mécanique par sablage

G90/150.A90.P5 suivi de l'application du silane A174 et les éprouvettes en composite ont subi un traitement par sablage G90/150.A90.P5. Dans le but d'évaluer la tenue des assemblages en acier/composite sous différentes conditions environnementales, les éprouvettes du groupe 1 et 3 étaient exposées à deux conditions différentes, avec et sans vieillissement, comme cela est détaillé dans le Tableau 38. Le vieillissement était réalisé dans une enceinte climatique Climats fabriquée par Sapratin. Les éprouvettes étaient vieilles avec une humidité de 80% et une température de 50°C pendant une semaine (7 jours) et après 48 heures de la procédure d'assemblage. Les résultats des essais de cisaillement SLJ des collages en acier/composite, après les différents traitements et conditions (Tableaux 37 et 38), sont illustrés dans le Tableau 39.

D'après ce tableau, le traitement de silane améliorait la résistance au cisaillement des assemblages en acier/composite mais pas autant que le sablage. Les éprouvettes traitées uniquement par sablage G90/150.A90.P5 présentaient la résistance au cisaillement la plus élevée avec une augmentation de 48% par rapport au brut (Tableau 39). L'application de silane après le traitement de sablage pour l'acier altérait la résistance au cisaillement des assemblages en acier/composite par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage. Ces résultats sont conformes aux résultats de la section I.2. de ce chapitre où l'application de Galvaprimage après le traitement par sablage G90/150.A90.P5 altérait la résistance au cisaillement des collages en acier/acier par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage. D'après la section I.4. du chapitre 3, l'application de silane sur une surface d'acier galvanisé traitée par sablage altérait la composante polaire de cette surface par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage (Tableau 27). Par conséquent, la composante polaire a un impact sur la résistance au cisaillement des assemblages en acier/composite.

Après le vieillissement, la résistance au cisaillement des collages en acier/composite non-traités diminuait de 9% par rapport aux éprouvettes non-vieilles et la résistance au cisaillement des collages en acier/composite traités par sablage diminuait de 43% par rapport aux éprouvettes non-vieilles. Par conséquent, le traitement de sablage améliorait la résistance au cisaillement des assemblages en acier/composite mais une fois cette structure était exposée à des conditions environnementales sévères, les éprouvettes qui n'ont subies aucun traitement résistaient plus au cisaillement. Cela peut être due au fait que l'acier et le composite ont devenu plus hydrophile après le traitement de sablage.

Tableau 37: Traitement de surface de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy avant l'assemblage.

N° du groupe	Traitement composite lin/époxy	Traitement acier galvanisé
1	Aucun	Aucun
2	Aucun	Silane A174
3	Sablage G90/150.A90.P5	Sablage G90/150.A90.P5
4	Sablage G90/150.A90.P5	Sablage G90/150.A90.P5 + Silane A174

Tableau 38: Conditions appliquées sur les éprouvettes SLJ en acier/composite avant les essais de cisaillement à simple recouvrement.

Traitement	Conditions	Essai de cisaillement
Groupes 1, 2, 3 et 4	Conditions ambiantes : 47% Humidité + 21° C Température	48h après l'assemblage
Groupe 1 et 3	Avec vieillissement : 80% Humidité + 50° C Température	48h après l'assemblage + 7jours de vieillissement

Tableau 39: Effet des différents traitements mécanique et/ou chimique de surface sur la contrainte de cisaillement des assemblages acier/composite sous différentes conditions environnementales.

Groupes	Conditions	Contrainte de cisaillement (MPa)	Ecart en % par rapport à la référence
1	Ambiante	0.451 ± 0.002	Référence
1	Avec vieillissement	0.409 ± 0.005	- 9%
2	Ambiante	0.577 ± 0.018	+ 28%
3	Ambiante	0.665 ± 0.005	+ 48%
3	Avec vieillissement	0.378 ± 0.007	- 43%
4	Ambiante	0.512 ± 0.002	+ 14%

IV. Effet de la rigidité des matériaux sur le déroulement de l'essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) - Etude qualitative par simulation numérique

L'objectif de cette étude de modélisation est d'apporter une compréhension qualitative de l'effet de différence de rigidité entre l'acier et le composite sur le déroulement de l'essai de cisaillement à simple recouvrement du collage acier/composite. Les données des matériaux utilisés pour les simulations numériques sont résumées dans le Tableau 40.

Tableau 40: Données des matériaux utilisées pour les simulations.

Matériau	Module de Young (GPa)	Coefficient de poisson	Densité (g/cm^3)
Acier galvanisé	201	0.3	7.8
Composite lin/époxy	12	0.35	1.285
Colle	2.27	0.4	1.2

A nos connaissances, il n'y a pas une norme sur l'essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) des collages en métal/composite. Les dimensions et les paramètres de l'essai de cisaillement des collages en acier/composite réalisés dans cette thèse étaient inspirés de la norme EN 2243-1 [80] et ISO 4587 [81]. La différence au niveau de la rigidité de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy peut conduire à la création d'une rotation générant ainsi un moment de flexion lors de l'essai. Afin d'évaluer et comprendre l'impact de cette différence sur le déroulement de l'essai, deux modèles numériques 2D simulant l'essai SLJ des collages en acier/acier et en acier/composite étaient élaborés sur Abaqus. Comme cela est illustré dans la Figure 41, les substrats ont les mêmes dimensions que dans la partie expérimentale, $25 \times 100 \times 2 \text{ mm}^3$ pour les substrats en acier galvanisé et $25 \times 100 \times 2.7 \text{ mm}^3$ pour les substrats en composite lin/époxy. La surface du collage est de $25 \times 12.5 \text{ mm}^2$ pour les deux types d'assemblages, acier/acier et acier/composite et l'épaisseur de la colle est de 0.1 mm. Les cales utilisées pour éliminer le couple lors de l'essai de cisaillement étaient aussi modélisées. Comme cela est un modèle de compréhension, la rugosité réelle de la surface de l'acier et du composite n'a pas été modélisée (Figure 42). Les trois matériaux étaient modélisés en tant que des matériaux isotropes avec un comportement élastique pour

l'acier galvanisé et le composite lin/époxy et un comportement élasto-plastique pour la colle. Type d'élément utilisé pour la modélisation de la colle est illustré dans la Figure 43. Les éprouvettes SLJ sont considérées comme étant soumises à une liaison d'encastrement d'un côté et un déplacement imposé quasi-statique de l'autre côté.

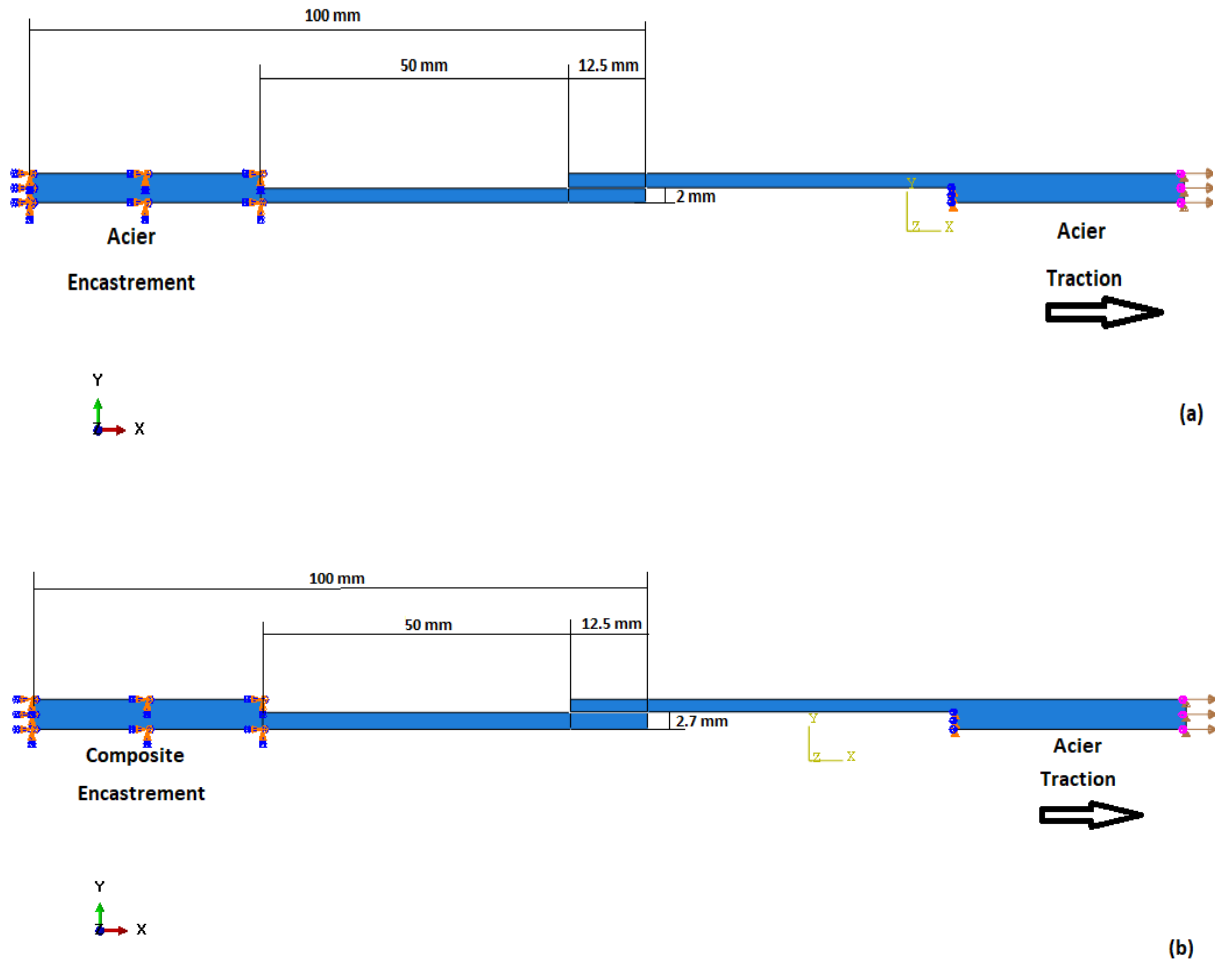


Figure 41: Modèle CAO de l'essai de cisaillement simple recouvrement (a) Collage en acier/acier, (b) Collage en acier/composite.

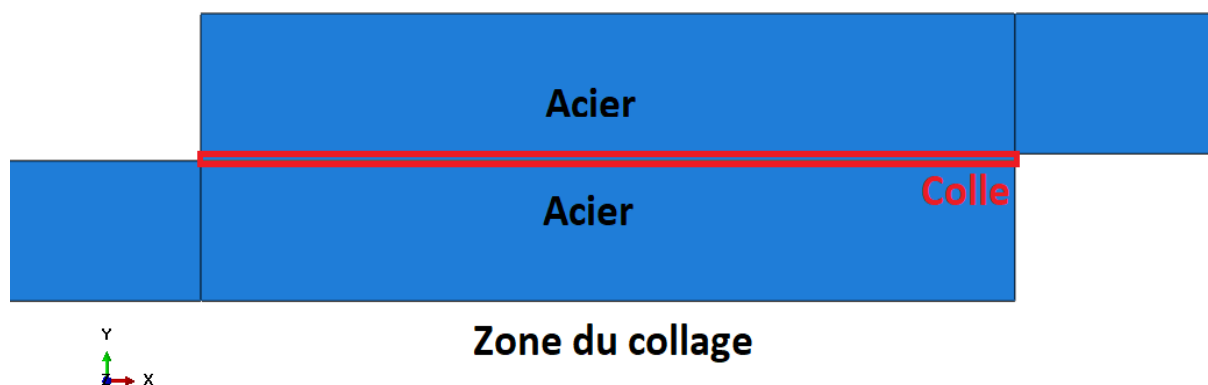


Figure 42: Zone du collage de 12,5 x 25 mm² dans un modèle numérique d'une éprouvette SLJ en acier/acier.

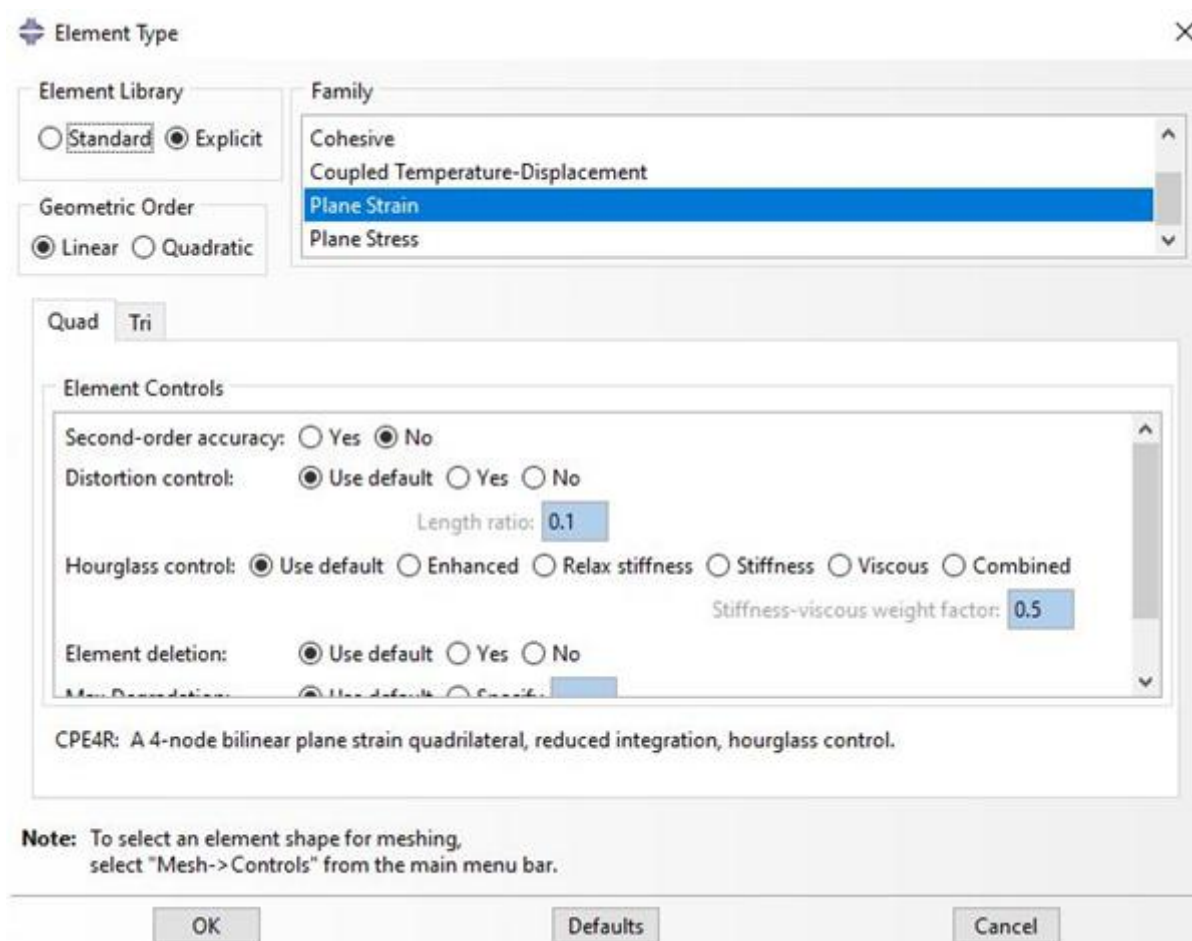


Figure 43: Type d'élément de la colle sur Abaqus.

La Figure 44(a) représente une simulation de l'essai de cisaillement de l'assemblage en acier/acier. Nous remarquons sur cette figure que la contrainte de von Mises est répartie d'une façon homogène et plus au moins symétrique dans les joints de l'éprouvettes SLJ en acier/acier. Toutefois, une concentration des contraintes est générées dans l'épaulement du côté gauche (du côté éprouvette encastrée) ce qui peut induire un début de rupture de la colle.

Dans le modèle numérique de l'essai de cisaillement de l'assemblage en acier/composite présenté dans la Figure 44(b), une concentration de la contrainte de von Mises dans le joint en déplacement (acier) avec une flexion au niveau du substrat encastré (composite) a été notée. La flexion de l'éprouvette en composite est due principalement à la présence d'un déplacement (U_2) suivant l'axe ($\vec{Y}$) perpendiculaire à l'effort de traction (Figure 45(b)) engendré par une différence importante au niveau des rigidités du composite lin/époxy et de l'acier galvanisé. D'après la Figure 45(a), nous remarquons aussi la présence d'un léger mouvement (U_2) suivant l'axe $\vec{Y}$ au niveau de l'essai SLJ du collage en acier/acier probablement dû à la géométrie particulière de l'éprouvette. Toutefois, ce mouvement reste négligeable par rapport au mouvement (U_2) constaté pour l'assemblage en acier/composite. La Figure 46 présente les courbes de déplacements U_2 en fonction du déplacement imposé dans le sens de la traction (U_1) d'un nœud N2933, appartenant au substrat encastré des éprouvettes SLJ en acier/acier et en acier/composite. D'après cette figure, le déplacement U_2 , induisant un moment de flexion, est très prononcé dans le cas des éprouvettes en acier/composite.

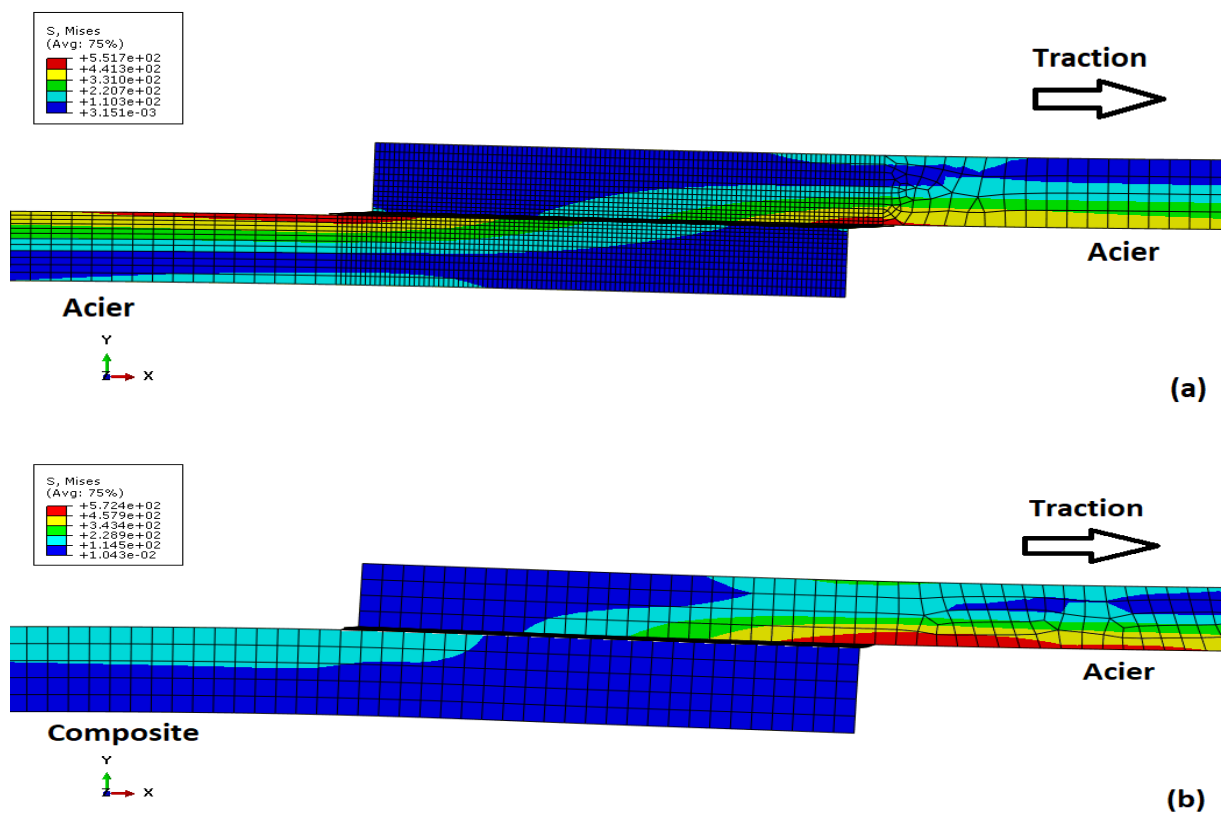


Figure 44: Répartitions de la contrainte de von Mises dans l'éprouvette SLJ (a) Collage en acier/acier (b) Collage en acier/composite.

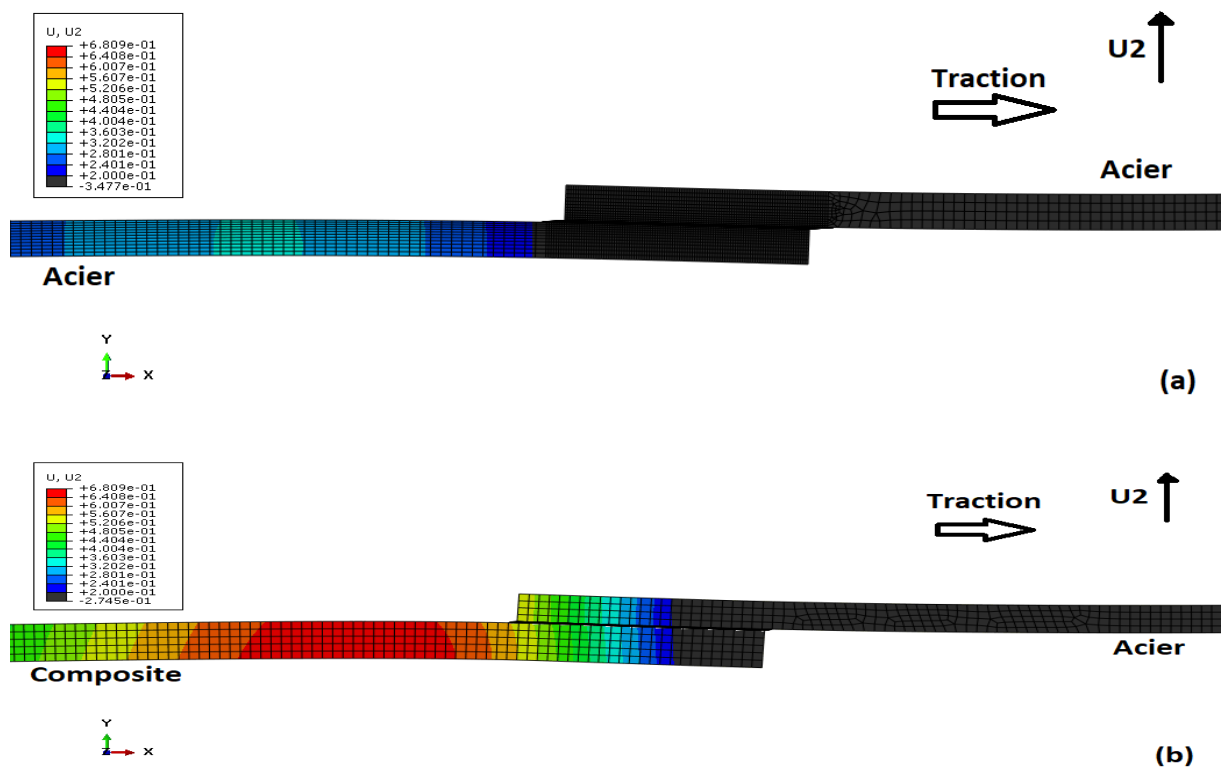


Figure 45 : Déplacements verticaux U_2 en mm des éprouvettes SLJ (a) Collage en acier/acier (b) Collage en acier/composite.

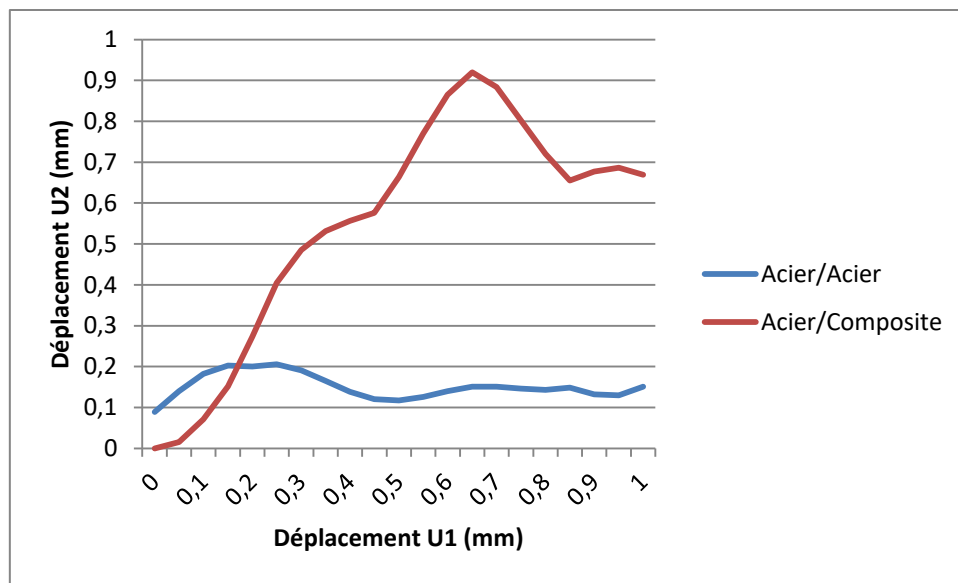


Figure 46: Déplacement vertical (U2) en fonction du déplacement imposé (U1) d'un nœud N2933 appartenant au substrat encastré lors de la simulation numérique d'un essai SLJ.

Etant donné que l'essai SLJ vise à induire une sollicitation de cisaillement pur dans le joint de colle et afin de minimiser cet effet de flexion, une modification au niveau de la géométrie de l'éprouvette SLJ et de la raideur du substrat composite semble être nécessaire. La raideur en traction-compression du composite ($K = \frac{E \times S}{L}$) dépend principalement du module de Young de ce matériau (E), sa longueur initial (L) et de la section (S). Une modification de la géométrie des substrats paraît possible afin de minimiser la différence importante au niveau des raideurs du composite et de l'acier. Nous pouvons aussi suggérer une solution qui consiste à ajouter au système de fixation de l'éprouvette une pièce rapportée permettant la possibilité d'une rotation précise (liaison pivot ou rotule) ce qui permettrait d'empêcher le développement d'un moment fléchissant.

La Figure 47 et le tableau 41 présentent des propositions de solutions permettant de minimiser le développement d'un moment fléchissant durant l'essai de cisaillement du collage en acier/composite.

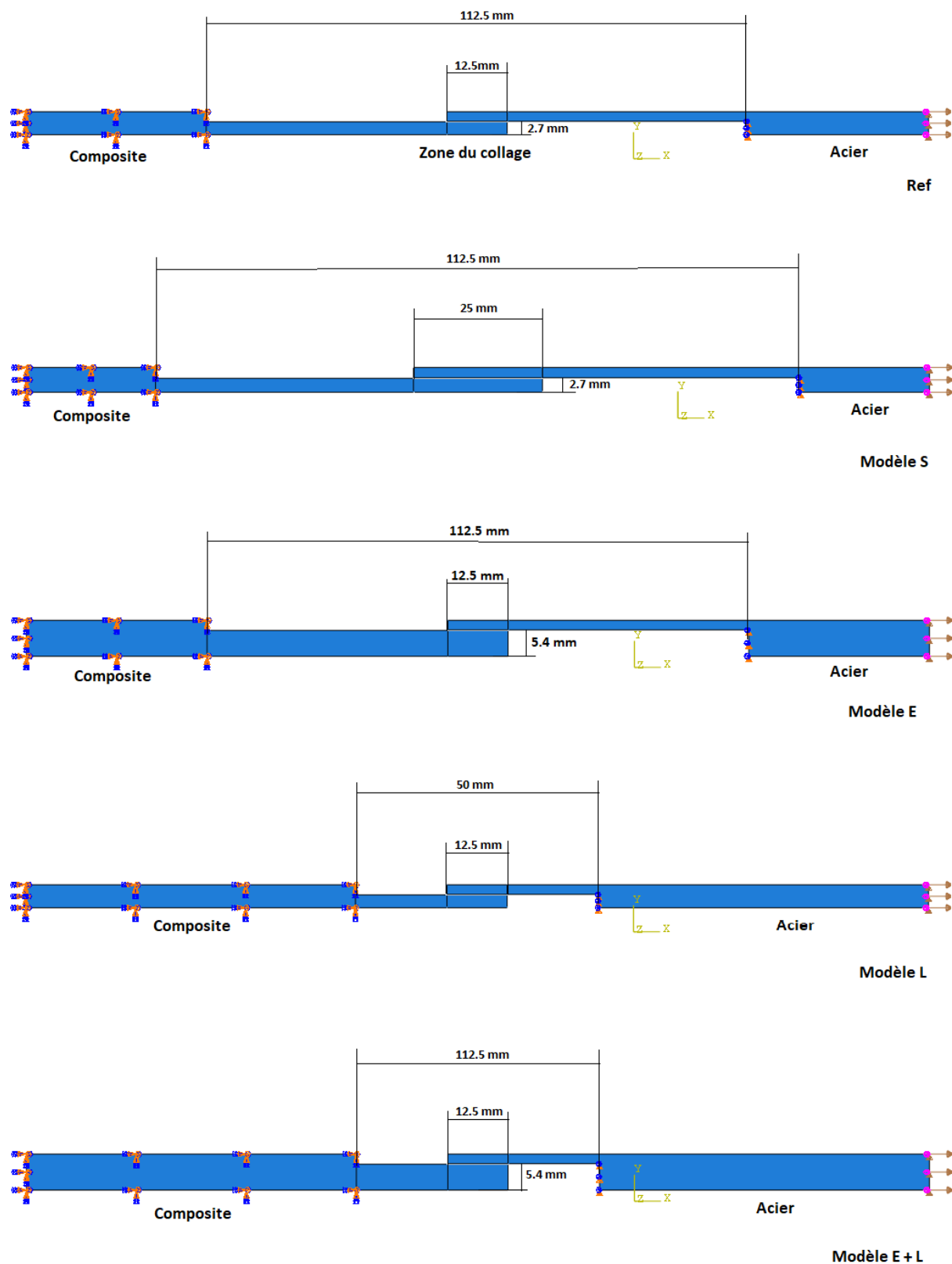


Figure 47: Différentes géométries des éprouvettes SLJ en acier/composite adaptées afin de minimiser le phénomène de flexion au niveau du substrat composite lors de l'essai de cisaillement.

La Figure 48 présente les courbes des déplacements U2 en fonction du déplacement imposé (U1) du nœud N2933 appartenant au substrat composite des éprouvettes SLJ en acier/composite pour les différentes géométries illustrées dans la Figure 47 lors de la simulation de l'essai de cisaillement. La solution de référence (Réf) est considérée avec une épaisseur du composite de 2,7 mm, de la distance L entre les mors de 112,5 mm et la zone collée de 12,5 mm. L'épaisseur de l'acier de 2 mm reste constante. D'après la Figure 48 et le Tableau 41, nous pouvons conclure que l'augmentation de la surface du collage (Modèle S) n'avait pas un effet sur la présence du moment de flexion de l'éprouvettes SLJ. Par ailleurs, l'augmentation de l'épaisseur du composite (Modèle E) et/ou la diminution de la distance entre les mors (Modèle L et E + L) a rendu la colle plus sollicitée en cisaillement pur durant l'essai. La géométrie E + L présentait la structure avec le minimum de déplacement suivant l'axe $\vec{Y}$. Le problème avec les modèles E et E + L est que si nous comptant à augmenter l'épaisseur du composite de 2.7 mm à 5.4 mm, nous aurons besoins de 24 plis de pre-imprégné en fibre de lin, afin de fabriquer une plaque en composite, au lieu de 12 plis. Par conséquence des telles solutions induiront une consommation énorme en termes de matière. Le modèle L semble le plus satisfaisant et le plus simple à mettre en œuvre puisqu'il consiste uniquement à diminuer la distance entre les mors en augmentant la longueur des cales.

Tableau 41: Paramètres géométriques en mm testés numériquement afin de minimiser le moment fléchissant lors de l'essai de SLJ.

Modèles	Distance entre mors (mm)	Epaisseur du composite (mm)	Zone collée (mm ²)
Réf	112,5	2,7	12,5
S	112,5	2,7	25
E	112,5	5,4	12,5
L	50	2,7	12,5
E + L	50	5,4	12,5

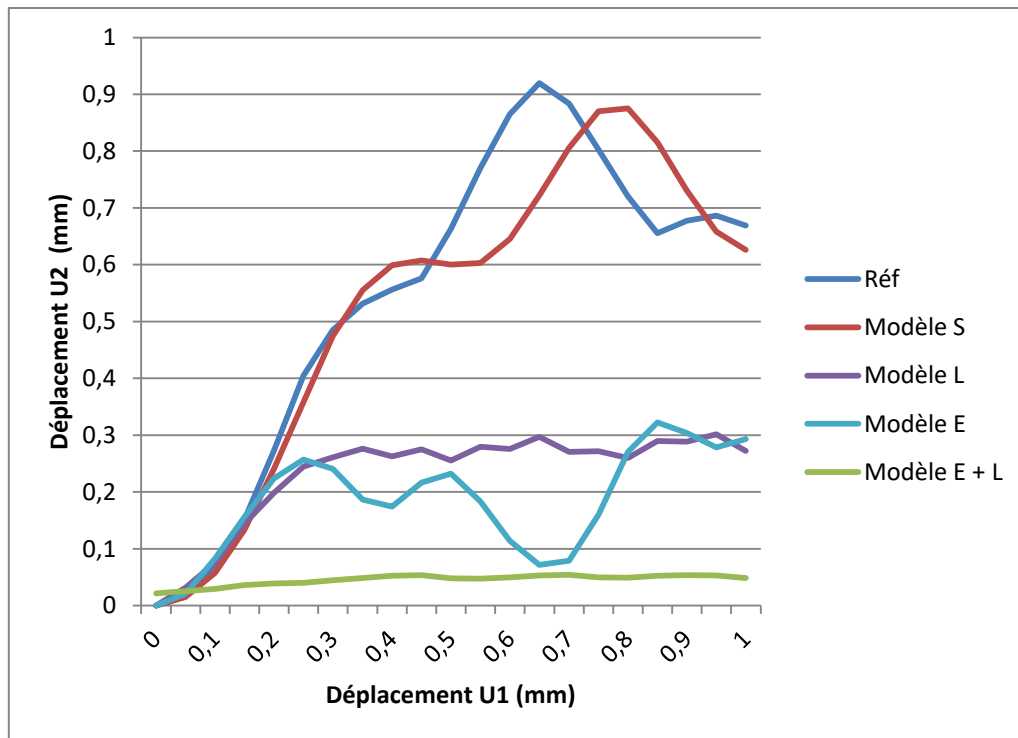


Figure 48: Déplacement vertical (U2) en fonction du déplacement imposé (U1) d'un nœud N2933 appartenant au substrat composite lors de la simulation numérique de l'essai SLJ du collage en acier/composite pour des éprouvettes de différentes géométries.

V. Conclusion

L'objectif de ce chapitre est d'identifier la procédure de préparation de surface optimale pour l'acier galvanisé et le composite lin/époxy afin d'avoir un collage acier/composite résistant. Pour se faire, une évaluation mécanique de l'adhérence des collages en acier/acier et en composite/composite à travers des essais de cisaillement à simple recouvrement (SLJ), avant et après traitement de surface, a été réalisée. La durabilité du collage acier/composite était par la suite évalué.

L'acier galvanisé a subi un traitement mécanique par sablage. Ce traitement améliorait la résistance au cisaillement des collages en acier/acier. La méthode de sablage utilisé avait un impact sur la résistance du collage. Les éprouvettes traitées avec un angle de sablage de 90°, une pression de 5×10^5 Pa et une granulométrie de sable de verre G90/150 présentaient la meilleure résistance au cisaillement. La granulométrie de sable choisie pour le sablage avait un effet important sur la tenue de l'assemblage. Les éprouvettes ayant la rugosité moyenne (Ra) la plus faible présentaient la meilleure résistance au cisaillement. Le traitement chimique de la surface de l'acier par un primaire de surface améliorait la collabilité de ce matériau mais pas autant que le traitement de sablage. La combinaison de ces deux traitements (sablage +

primaire) altérerait la résistance au cisaillement des collages en acier/acier par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage. Cela était attribué au mauvais impact de l'application du primaire de surface après un traitement par sablage sur la composante polaire de la surface de l'acier galvanisé.

Le composite lin/époxy a subi des traitements mécaniques de types polissage, tissu d'arrachage et sablage. Ces traitements amélioraient les propriétés d'adhésion de ce matériau. Les éprouvettes traitées par sablage présentaient la meilleure résistance au cisaillement. Ces éprouvettes étaient caractérisées par l'exposition des fibres de lin au niveau de la surface, une rugosité surfacique ainsi qu'une composante dispersive et une énergie libre de surface élevées. La granulométrie de sable de verre utilisée pour le traitement de sablage avait un impact sur la tenue de l'assemblage composite/composite. La résistance au cisaillement de cet assemblage augmentait en fonction de l'augmentation de la composante dispersive de l'énergie libre de surface de ce matériau.

Le traitement par sablage améliorait d'avantage la collabilité de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy par rapport aux autres traitements testés. Toutefois l'hydrophilie de ces deux matériaux augmentait après ce traitement fragilisant ainsi la tenue de l'assemblage acier/composite à l'humidité.

Conclusion générale et perspectives

Le collage structural est une technique d'assemblage qui présente plusieurs avantages par rapport aux techniques d'assemblages traditionnelles tel que le soudage, le rivetage, le vissage et le boulonnage. Parmi ces avantages, nous citons l'allègement de la structure, la continuité de liaison et l'amortissement des vibrations et des bruits. Toutefois, l'utilisation de cette technique est limitée par les faibles qualités d'adhésion des matériaux à l'état brut. L'amélioration des propriétés de surface avant le collage à travers des traitements spécifiques reste une étape indispensable pour garantir un bon collage. Dans ce travail de recherche, l'étude de l'effet des différents traitements sur la qualité de surface et la collabilité de l'acier galvanisé et du composite lin/époxy a été réalisée.

L'acier galvanisé a subi un traitement mécanique par sablage. Ce traitement a rendu la surface plus active, propre et homogène en termes de rugosité et composition chimique. La résistance au cisaillement des collages en acier/acier augmentait de manière significative après le sablage. La qualité de surface produite par ce traitement variait en fonction de la pression et l'angle de sablage ainsi que la granulométrie de sable choisis. L'acier traité par une pression et/ou une granulométrie de sable importante présentait une rugosité moyenne de surface élevée. Les éprouvettes traitées avec la granulométrie de sable la plus petite présentaient les surfaces les plus lisses, les plus homogènes et avec la composante polaire et l'énergie libre de surface les plus importantes. La variation de l'angle de sablage avait un effet plutôt sur la mouillabilité, l'énergie libre et la composition chimique de la surface l'acier que sa rugosité. Le sablage a modifié les caractéristiques thermodynamiques de la surface de l'acier galvanisé en améliorant la composante polaire et l'énergie libre de surface. La rugosité de la surface jouait un rôle plus important sur la résistance au cisaillement des collages en acier/acier que l'énergie libre de surface. Les éprouvettes en acier avec la rugosité moyenne (R_a) la plus faible présentaient la résistance au cisaillement la plus importante.

L'effet de traitement mécanique par polissage, sablage ou tissu d'arrachage sur l'état de surface du composite lin/époxy et l'adhérence des collages en composite/composite a été aussi étudié. Le tissu d'arrachage génrait des éprouvettes en composite avec une surface homogène et couverte de la résine époxy. Une exposition des fibres de lin au niveau de la surface a été notée pour les éprouvettes traitées par sablage et par polissage. Les éprouvettes

traitées par polissage présentait une surface plus lisse que les éprouvettes non-traitées et les éprouvettes traitées par sablage ou par tissu d'arrachage. Les éprouvettes traitées par sablage présentaient la rugosité, la composante dispersive et l'énergie libre de surface les plus élevées ainsi que la résistance au cisaillement des collages composite/composite la plus importante. L'adhérence du collage composite/composite augmentait en fonction de l'augmentation de la composante polaire de la surface du composite lin/époxy.

Pour les deux matériaux, le traitement de sablage, principalement le G90/15.A90.P5, générait les surfaces avec les meilleures qualités d'adhésion. Les collages en acier/composite non-traités résistaient mieux à l'humidité que les collages en acier/composite traités par le sablage G90/150.A90.P5. Cela implique que le choix du traitement de surface ne dépend pas uniquement des substrats et de leur nature mais aussi des conditions environnementales dans laquelle la structure assemblée par collage va être mise en service.

L'application des agents de couplage de type silane et Galvaprimaire sur une surface propre de l'acier galvanisé améliorait sa mouillabilité, son énergie libre de surface et la résistance au cisaillement des assemblages en acier/acier et en acier/composite. Toutefois l'application des tels agents sur une surface en acier galvanisé traité par sablage altérerait la résistance de ces assemblages par rapport aux éprouvettes traitées uniquement par sablage. Cela est probablement dû à l'impact d'une telle combinaison de traitement sur le comportement thermodynamique de la surface, principalement la composante polaire de l'énergie libre de surface.

L'évaluation par simulation numérique de l'essai de cisaillement SLJ des collages en acier/composite et en acier/acier a révélé que la différence des rigidités des matériaux collés peuvent conduire à la création d'un moment fléchissant non souhaitable lors de l'essai. Ce moment peut être réduit en jouant sur la géométrie de l'éprouvette SLJ.

L'essai de cisaillement à simple recouvrement (SLJ) est un essai mécanique de type mode II qui vise à évaluer l'ancrage mécanique entre les substrats collés. D'autres essais mécaniques de type mode I, qui visent à évaluer la résistance du collage sous un autre mode de sollicitation, peuvent être proposés à ce niveau. Ces essais permettent d'évaluer l'effet d'autres aspects de la surface, tels que la surface disponible pour le collage et l'énergie libre de surface, sur la tenue de l'assemblage collé. Le traitement de sablage améliorait la collabilité de l'acier galvanisé et le composite lin/époxy mais aussi leur hydrophilie et leur sensibilité à l'eau. D'autres analyses complémentaires, tel que l'étude de la durabilité des

assemblages en acier/composite après vieillissement dans l'eau, semble être nécessaire afin de savoir les limites d'efficacité de ce traitement. Parmi les autres perspectives de recherche entrouvertes à la suite de cette thèse nous pouvons citer la modélisation numérique de l'assemblage collé acier/biocomposite en s'inspirant des premières conclusions tirées de l'étude préliminaire réalisée dans le cadre de cette thèse. Nous citons également la prise en compte de l'effet des vitesses de déformations sur la tenue de ces assemblages dans l'optique de viser des applications industrielles de collage structural sous sollicitation de choc.

Annexe A: Support éprouvette pour le traitement du sablage.



Figure 49: Support éprouvette - Traitement de sablage.

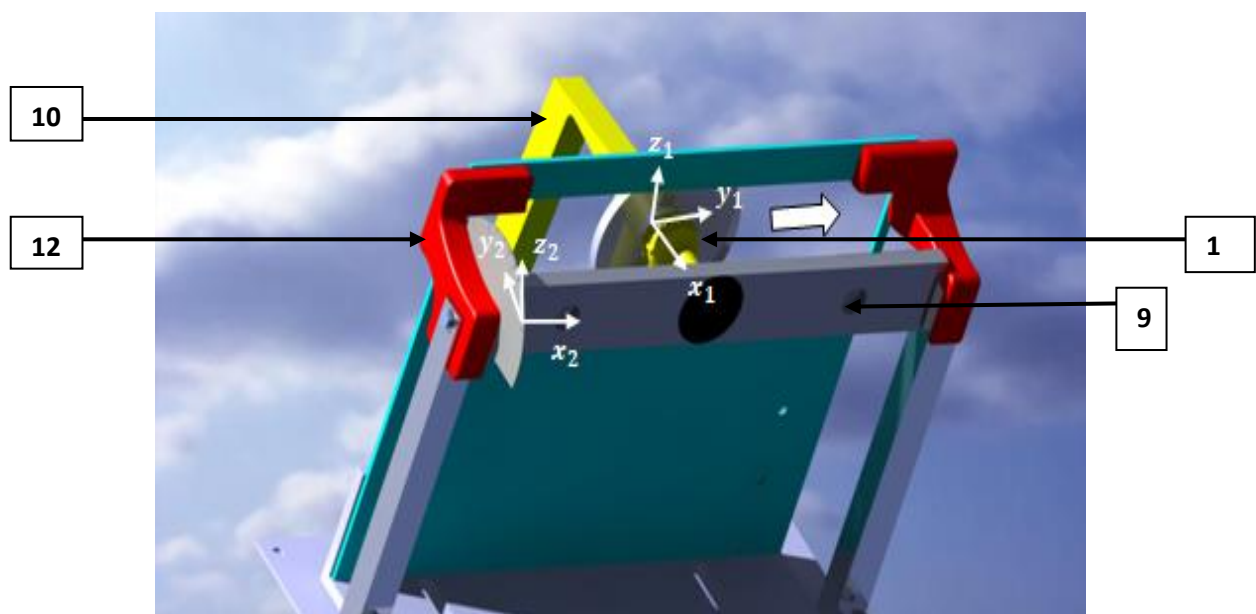


Figure 50: Modèle CAO du support éprouvette.

Tableau 42: Les composantes du support éprouvette - Traitement de sablage.

N° de la composante	Nom de la composante	Rôle	Nombre de composante
1	Mur	Garder une distance de sablage fixe entre l'éprouvette et le pistolet.	1
2	Porte pièce	Maintenir les éprouvettes pendant le sablage. Variation de l'angle de sablage (Rotation suivant l'axe $\vec{x}_2$)	1
3	Fenêtre	Guider le pistolet durant le sablage. -Permettre le déplacement du pistolet suivant les axes $\vec{y}_1$ et $\vec{Z}_1$ et sa rotation suivant l'axe $\vec{x}_1$.	1
4	Aiment	Maintenir les éprouvettes durant le sablage.	1
5	Rapporteur	Choisir l'angle de sablage.	1
6	Système de réglage	Maintenir le porte pièce à un angle de sablage fixe.	2
7	Support système	Fixer le support éprouvette à l'intérieur de cabine de sablage.	1
8	Vis	Fixer le support éprouvette à l'intérieur de cabine de sablage.	5
9	Trou	Libérer les éprouvettes du porte pièce.	2
10	Pistolet	Bombarder les éprouvettes avec du sable	1
11	Pièce de maintien	Minimiser la vibration du mur durant le sablage.	2
12	Rondelle	Bloquer la rotation du pistolet suivant l'axe $\vec{y}_1$.	1

Annexe B : Résultats des analyses statistiques

Tableau 43: Résultats de la comparaison de deux moyenne de Ra pour un nombre de mesure $n_1=n_2=45$ et à une estimation de risque $\alpha=0.05$.

$Ra_1(\mu m)$	$Ra_2(\mu m)$	Z	$Z_{\alpha/2}$	Résultats
1.58 ± 0.10	1.36 ± 0.15	8.2	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
1.55 ± 0.10	1.33 ± 0.20	6.6	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
1.05 ± 0.8	0.94 ± 0.07	4.5	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
1.17 ± 0.25	0.98 ± 0.08	4.9	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
1.11 ± 0.10	1.04 ± 0.09	3.5	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
1.07 ± 0.10	0.96 ± 0.10	5.2	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
1.58 ± 0.10	1.55 ± 0.10	1.41	1.96	$Ra_1 = Ra_2$
1.36 ± 0.15	1.33 ± 0.20	0.86	1.96	$Ra_1 = Ra_2$
1.17 ± 0.25	1.05 ± 0.08	3.12	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
0.98 ± 0.08	0.94 ± 0.07	0.93	1.96	$Ra_1 = Ra_2$
1.11 ± 0.10	1.05 ± 0.08	1.40	1.96	$Ra_1 = Ra_2$
1.04 ± 0.09	0.94 ± 0.07	0.80	1.96	$Ra_1 = Ra_2$
1.17 ± 0.25	1.07 ± 0.10	3.10	1.96	$Ra_1 \neq Ra_2$
0.98 ± 0.08	0.96 ± 0.10	0.93	1.96	$Ra_1 = Ra_2$

Tableau 44: Résultats de la comparaison de deux moyennes de l'angle de contact de l'eau distillée sur l'acier galvanisé pour un nombre de mesure $n_1=n_2= 15$ et à une estimation de risque $\alpha=0.05$.

$\theta_{e1} (^{\circ})$	$\theta_{e2} (^{\circ})$	F	$F_{n_2-1}^{n_1-1}$	T	$T_{n_1+n_2-2}$	Résultats
36.98 ± 2.72	36.85 ± 0.25	1.42	3.08	0.14	2.05	$\theta_{e1} = \theta_{e2}$
37.51 ± 1.99	36.98 ± 2.72	0.75	3.08	0.61	2.05	$\theta_{e1} = \theta_{e2}$
33.81 ± 2.33	33.57 ± 1.98	2.01	3.08	0.3	2.05	$\theta_{e1} = \theta_{e2}$
39.91 ± 0.96	38.43 ± 1.33	0.58	3.08	3.49	2.05	$\theta_{e1} \neq \theta_{e2}$
19 ± 2.23	17.57 ± 1.22	1.21	3.08	2.17	2.05	$\theta_{e1} \neq \theta_{e2}$
19 ± 2.3	18.55 ± 1.7	2.03	3.08	0.61	2.05	$\theta_{e1} = \theta_{e2}$

Tableau 45: Résultats de la comparaison de deux moyennes de l'angle de contact de l'iodure de méthylène sur l'acier galvanisé pour un nombre de mesure $n_1=n_2= 15$ et à une estimation de risque $\alpha=0.05$.

$\theta_{i1} (^{\circ})$	$\theta_{i2} (^{\circ})$	F	$F_{n_2-1}^{n_1-1}$	T_0	$T_{n_1+n_2-2}$	Résultats
43.72 ± 1.59	43.6 ± 1.61	1.46	3.08	0.21	2.05	$\theta_{i1} = \theta_{i2}$
43.6 ± 1.61	42.57 ± 2.43	0.54	3.08	1.37	2.05	$\theta_{i1} = \theta_{i2}$
56.75 ± 1.70	54.4 ± 1.61	1.38	3.08	3.89	2.05	$\theta_{i1} \neq \theta_{i2}$
60.89 ± 1.77	60.29 ± 1.17	0.52	3.08	1.1	2.05	$\theta_{i1} = \theta_{i2}$
60.89 ± 1.77	59.35 ± 1.50	2.36	3.08	1.71	2.05	$\theta_{i1} = \theta_{i2}$
62.6 ± 1.22	58.93 ± 1.40	1.52	3.08	7.65	2.05	$\theta_{i1} \neq \theta_{i2}$
54.5 ± 1.53	52.3 ± 0.98	0.83	3.08	4.69	2.05	$\theta_{i1} \neq \theta_{i2}$
60.29 ± 0.17	58.93 ± 1.40	1.24	3.08	2.89	2.05	$\theta_{i1} \neq \theta_{i2}$
54.50 ± 1.53	54.27 ± 1.84	2.95	3.08	0.37	2.05	$\theta_{i1} = \theta_{i2}$
62.6 ± 1.22	60.89 ± 1.77	2.52	3.08	3.08	2.05	$\theta_{i1} \neq \theta_{i2}$

Tableau 46: Résultats de la comparaison de deux moyennes de l'énergie libre de surface de l'acier galvanisé à une estimation de risque $\alpha=0.05$.

γ_1^t (mN/m)	γ_2^t (mN/m)	F	$F_{n_2-1}^{n_1-1}$	T	$T_{n_1+n_2-2}$	Résultats
$26.54 \pm_{1.07}^1$	$25.95 \pm_{0.42}^{0.41}$	0.58	3.08	2.04	2.05	$\gamma_{s1}^t = \gamma_{s2}^t$
$34.44 \pm_{0.65}^{0.58}$	$34.33 \pm_{0.68}^{0.63}$	1.35	3.08	0.47	2.05	$\gamma_{s1}^t = \gamma_{s2}^t$
$42.43 \pm_{0.31}^{0.23}$	$41.27 \pm_{0.23}^{0.19}$	0.47	3.08	13.54	2.05	$\gamma_{s1}^t \neq \gamma_{s2}^t$
$41.27 \pm_{0.22}^{0.19}$	$40.99 \pm_{0.42}^{0.43}$	0.61	3.08	2.31	2.05	$\gamma_{s1}^t \neq \gamma_{s2}^t$

Annexe C: Diagramme d'équilibre Fer/Carbone

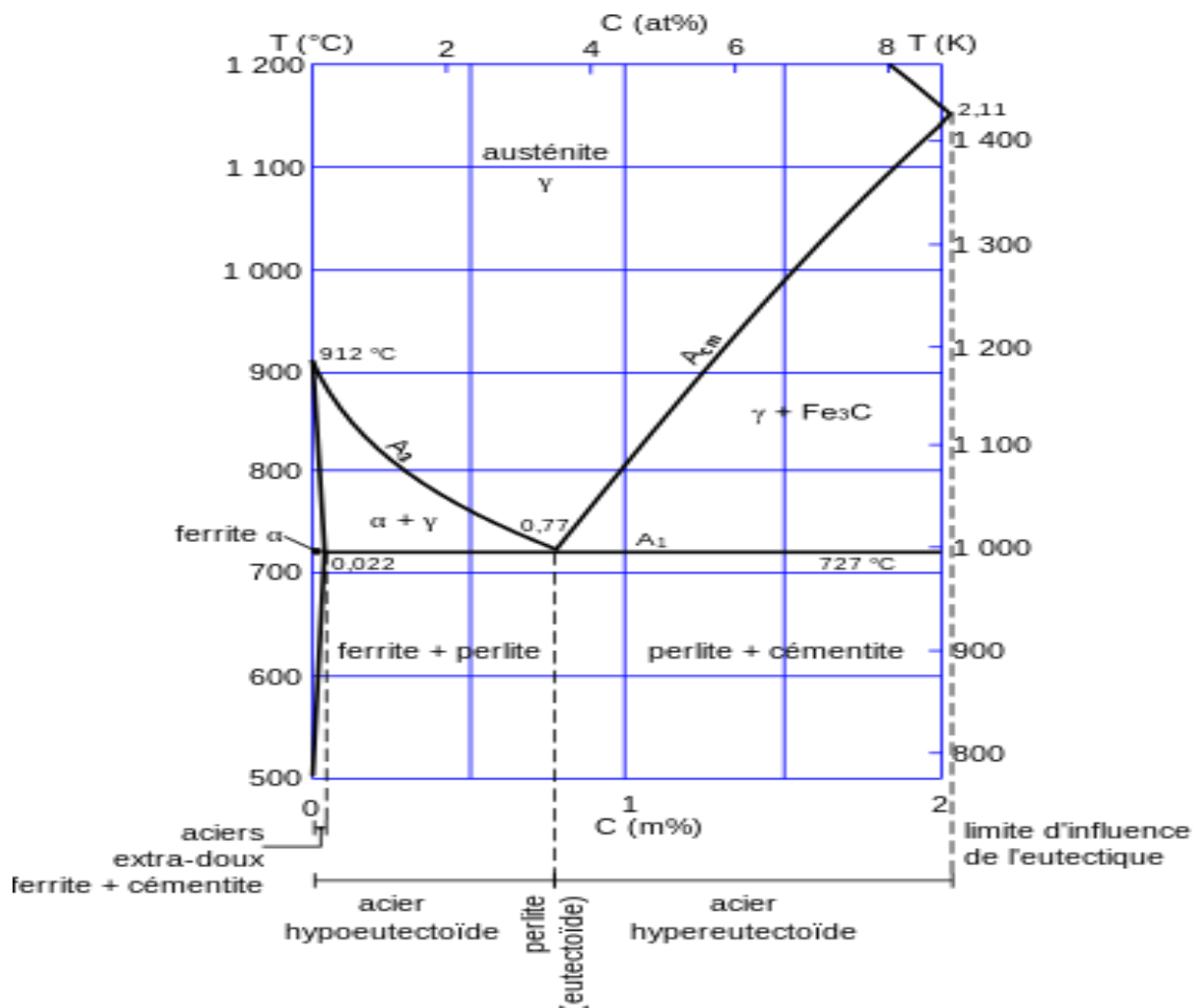


Figure 51: Diagramme d'équilibre Fer/Carbone.

Bibliographie

- [1] P. Böer, L. Holliday, T. H.K. Kang. Independent environmental effects on durability of fiber-reinforced polymer wraps in civil applications: A review. *Construction and Building Materials*. 48: 360 - 370, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.06.077>
- [2] S. A. A. Jabbar, S.B.H. Farid. Replacement of steel rebars by GFRP rebars in the concrete structures. *Karbala International Journal of Modern Science*. 4(2): 216 – 227, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.kijoms.2018.02.002>
- [3] A. Tabatabaei, A. Eslami, H. M. Mohamed, B. Benmokrane. Strength of compression lap-spliced GFRP bars in concrete columns with different splice lengths. *Construction and Building Materials*. 182: 657 - 669, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.154>
- [4] L. Pil, F. Bensadoun, J. Pariset, I. Verpoest. Why are designers fascinated by flax and hemp fiber composites. *Composites: Part A*. 83: 193 - 205, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.11.004>
- [5] L. Yan , N. Chouw , K. Jayaraman. Flax fibre and its composites- A Review. *Composites: Part B*. 56: 296-317, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.08.014>
- [6] J. Xu, X. Gao, C. Zhang, S. Yin. Flax fiber-reinforced composite lattice cores: A low-cost and recyclable approach. *Materials and Design*. 133: 444 - 454, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.07.066>
- [7] Q. Bénard, M. Fois, M. Grisel. Peel ply surface treatment for composite assemblies: Chemistry and morphology effects. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 36(11): 1562 - 1568, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.02.012>
- [8] Q. Bénard, M. Fois, M. Grisel. Influence of fiber reinforcement and peel ply surface treatment towards adhesion of composite surfaces. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 25(5): 404 - 409, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2004.11.006>

- [9] G. Yang, T. Yang, W. Yuan, Y. Du. The influence of surface treatment on the tensile properties of carbon fiber-reinforced epoxy composites-bonded joints. *Composites Part B: Engineering*. 160: 446 - 456, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.095>
- [10] L. Sorrentino, W. Polini, C. Bellini, G. Parodo. Surface treatment of CFRP: influence on single lap joint performances. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 85: 225 - 233, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.06.008>
- [11] G. Sachin, M. Ankush, B. Yogesh. Parameter optimization in milling of glass fiber reinforced plastic (GFRP) using DOE-Taguchi method. SpringerPlus. <https://doi.org/10.1186/s40064-016-3055-y>
- [12] B. Huang, L. Sun, L. Li, L. Zhang, Y. Lin, and J. Che. Experimental investigation of the strength of polymer-steel direct adhesion (PSDA) joints with micro-structures ablated by laser. *Journal of Materials Processing Technology*. 249: 407 - 414, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.06.031>
- [13] B.R.K. Blackman, A.J. Kinloch, J.F. Watts. The plasma treatment of thermoplastic fiber composites for adhesive bonding. *Composites*. 25(5): 332 - 341, 1994. [https://doi.org/10.1016/S0010-4361\(94\)80003-0](https://doi.org/10.1016/S0010-4361(94)80003-0)
- [14] L. Wroblewski, D. Hristozov, P. Sadeghian. Durability of bond between concrete beams and FRP composites made of flax and glass fibers. *Construction and Building Materials*. 126: 800 - 811, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.095>
- [15] C. Abderrazak, Z. Wajdi, A. Mustapha, K. Hocine, R. Ayad. Effect of water ageing on the load-unload cyclic behaviour of flax fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composite Structures*, 2017. [10.1016/j.compstruct.2017.03.077](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.03.077)
- [16] Site web: UFR Sciences de la vie. Sorbonne Universités. <http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/textiles/08-lin-fibre.html>
- [17] R.A. Hunter-Alarcón, A. Vizán, J. Pérez, J. Leyrer, P. Hidalgo, B. Pavez, L.F.M. da Silva. Effect of the natural aging process on the shear strength of FRP composite single lap

joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 86: 4 - 12, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.08.001>

[18] B. Castanié, C. Bouvet, D. Guedra-Degeorges. Structures en matériaux composites stratifiés. *Mécanique | Fonctions et composants mécaniques*. Techniques de l'ingénieur. 2013.

[19] H. Kyutoku, N. Maeda, H. Sakamoto, H. Nishimura, K. Yamada. Effect of surface treatment of cellulose fiber (CF) on durability of PLA/CF bio-composites. *Carbohydrate Polymers*. 203: 95 - 102, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.09.033>

[20] D. Semitekolos, P. Kainourgios, C. Jones, A. Rana, E. P. Koumoulos, C. A. Charitidis. Advanced carbon fibre composites via poly methacrylic acid surface treatment; surface analysis and mechanical properties investigation. *Composites Part B: Engineering*. 155: 237 - 243, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.08.027>

[21] R. Rahman, S. Zhafer F. Syed Putra. Tensile properties of natural and synthetic fiber-reinforced polymer composites. *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites. Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*. Woodhead Publishing. 2019. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102292-4.00005-9>

[22] X. Yanjun, H. Callum, X. Zefang, M. Holger, M. Carsten. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. *Composites Part A. Applied Science and Manufacturing*. 41: 806 – 819, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.03.005>

[23] J.R. Correia, Y. Bai,, T. Keller. A review of the fire behaviour of pultruded GFRP structural profiles for civil engineering applications. *Composite Structures*, 127, 267 - 287, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.03.006>

[24] H. Hamzeh, G. Mark, F. Gales John. Mechanical properties of GFRP reinforcing bars at high temperatures. *Construction and Building Materials*. 162: 142 - 154, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.025>

- [25] R.A. Hawileh, H. A. Rasheed. Thermal analysis of GFRP-reinforced continuous concrete decks subjected to top fire. *International Journal of Advanced Structural Engineering*. 9(4): 315 - 323, 2017. [10.1007/s40091-017-0168-7](https://doi.org/10.1007/s40091-017-0168-7)
- [26] M. I. Kabir, B. Samali, R. Shrestha. Pull-out Strengths of GFRP-Concrete Bond Exposed to Applied Environmental Conditions. *International Journal of Concrete Structures and Materials*. 11: 69 - 84, 2017. [10.1007/s40069-016-0173-4](https://doi.org/10.1007/s40069-016-0173-4)
- [27] J. W. Schmidt, A. Bennitz, B. Täljsten, P. Goltermann, H. Pedersen. Mechanical anchorage of FRP tendons – A literature review. *Construction and Building Materials*. 32: 110 - 121, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.11.049>
- [28] S. A. Sheikh, Z. Kharal. Replacement of steel with GFRP for sustainable reinforced concrete. *Construction and Building Materials*. 160: 767 - 774, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.141>
- [29] X. Zhang, Z. Deng. Experimental study and theoretical analysis on axial compressive behavior of concrete columns reinforced with GFRP bars and PVA fibers. *Construction and Building Materials*. 172: 519 - 532, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.237>
- [30] J. Flynn, A. Amiri, C. Ulven. Hybridized carbon and flax fiber composites for tailored performance. *Materials & Design*. 102: 21 - 29, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.164>
- [31] F.A. Almansour, H.N. Dhaka, Z.Y. Zhang. Investigation into Mode II interlaminar fracture toughness characteristics of flax/basalt reinforced vinyl ester hybrid composites. *Composites Science and Technology*. 154: 117 - 127, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.11.016>
- [32] E. H. Saidane, D. Scida, M. Assarar, R. Ayad. Damage mechanisms assessment of hybrid flax-glass fibre composites using acoustic emission. *Composite Structures*. 174: 1 - 11, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.04.044>

- [33] I. Zivkovi, C. Fragassa, A. Pavlovi, B. Tommaso. Influence of moisture absorption on the impact properties of flax, basalt and hybrid flax/basalt fiber reinforced green composites. *Composites Part B*. 111: 148 - 164, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.12.018>
- [34] A.K. Murray, D.C. Attrill, M.R. Dickinson. The effects of XeCl laser etching of Ni-Cr alloy on bond strengths to composite resin: a comparison with sandblasting procedures. *Dental Materials*. 21(6): 538 - 544, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.07.021>
- [35] J.R.J. Wingfield. Treatment of composite surfaces for adhesive bonding. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 13(3): 151 - 156, 1993. [https://doi.org/10.1016/0143-7496\(93\)90036-9](https://doi.org/10.1016/0143-7496(93)90036-9)
- [36] S. A. R. Junior, J. L. Ferracane, Á. Della Bona. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dental Materials*. 25(4): 442 - 451, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.09.009>
- [37] P. Molitor, V. Barron, T. Young. Surface treatment of titanium for adhesive bonding to polymer composites: a review. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 21(2): 129 - 136, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0143-7496\(00\)00044-0](https://doi.org/10.1016/S0143-7496(00)00044-0)
- [38] V.H. Martínez-Landeros, S.Y. Vargas-Islas, C. E. Cruz-González, S. Barrera, K. Mourtazov, R. Ramírez-Bon. Studies on the influence of surface treatment type, in the effectiveness of structural adhesive bonding for carbon fiber reinforced composites. *Journal of Manufacturing Processes*. 39: 160 - 166, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.02.014>
- [39] ISO 17212: Structural adhesives - guidelines for the surface preparation of metals and plastics prior to adhesive bonding. February. 2012.
- [40] W.J. Van Vuuren, L.J. Van Vuuren, B. Torr, J.N. Waddell. Adhesion between zirconia and indirect composite resin. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 69: 72 - 78, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.03.011>
- [41] J. Y. Yun, S. R. Ha, J. b. Lee, S. H. Kim. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dental Materials*. 26(7): 650 - 658, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.03.008>
- [42] I. Radovic, F. Monticelli, C. Goracci, A.H. Cury, I. Coniglio, Z.R. Vulicevic, F. Garcia-Godoy, M. Ferrari. The effect of sandblasting on adhesion of a dual-cured resin composite to

methacrylic fiber posts: Microtensile bond strength and SEM evaluation. Journal of Dentistry. 35(6): 496 - 502, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2007.01.009>

[43] A. Baldan. Adhesion phenomena in bonded joints. International Journal of Adhesion and Adhesives. 38: 95 - 116, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2012.04.007>

[44] N. 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. Université Paris-Est. 2012..<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00765147>

[45] NF EN 14444: Série aérospatiale - Matériaux non-métalliques - Système d'adhésifs structuraux - Méthodes d'essai - Partie 2 : essai de pelage métal-métal. Mars, 2006.

[46] R.D.F. Moreira, V. Oliveira, F.G.A. Silva, R. Vilar, M.F.S.F.de Moura. Mode II fracture toughness of carbon-epoxy bonded joints with fem to second laser treated surfaces. International Journal of Mechanical Sciences. 148: 707 - 7013, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2018.09.029>

[47] Z. Feng, H. Zhao, C. Tan, B. Zh, F. Xia, Q. Wang, B. Chen, X. Song. Effect of laser texturing on the surface characteristics and bonding property of 30Cr MnSiA steel adhesive joints. Journal of Manufacturing Processes. 47: 219 - 228, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.09.046>

[48] B. Joshi, K. Tripathi, G. Gyawali, S. W. Lee. The effect of laser surface texturing on the tribological performance of different Sialon ceramic phases. Progress in Natural Science: Materials International. 26(4): 415 - 421, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2016.08.003>

[49] C. Sun, J. Min, J. Lin, H. Wan, S. Yang, S. Wang. The effect of laser ablation treatment on the chemistry, morphology and bonding strength of CFRP joints. International Journal of Adhesion and Adhesives. 84: 325 - 334, 2018.<https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.04.014>

[50] B. Ho, J. Tsoi, D. Liu, Ch. Lung, H. Wong, J. P. Matinlinna. Effects of sandblasting distance and angles on resin cement bonding to zirconia and titanium. International Journal of Adhesion and Adhesives. 62: 25 - 31, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2015.06.009>

- [51] A. Rudawska, I. Danczak, M. Maller, P. Valasek. The effect of sandblasting on surface properties for adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 70: 176 - 190, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.06.010>
- [52] A.A. Khan, A. A. Al Kheraif, S. M. Alhijji, J. P. Matinlinna. Effect of grit-blasting air pressure on adhesion strength of resin to titanium. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 65: 41 - 46, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2015.11.003>
- [53] J. Li, Y. Li, M. Huang, Y. Xiang, Y. Liao. Improvement of aluminum lithium alloy adhesion performance based on sandblasting techniques. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 84: 307 - 316, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.04.007>
- [54] M. Mukai, H. Fukui, J. Hasegawa. Relationship between sandblasting and composite resin-alloy bond strength by a silica coating. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 74(2): 151 - 155, 1995. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(05\)80178-7](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(05)80178-7)
- [55] A.F. Harris, A. Beevers. The effects of grit-blasting on surface properties for adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 19(6): 445 - 452, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0143-7496\(98\)00061-X](https://doi.org/10.1016/S0143-7496(98)00061-X)
- [56] C.F. Caravaca, Q. Flamant, M. Anglada, L. Gremillard, J. Chevalier. Impact of sandblasting on the mechanical properties and aging resistance of alumina and zirconia based ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*. 38(3): 915 - 925, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.10.050>
- [57] M. Okada, H. Taketa, Y. Torii, M. Irie, T. Matsumoto. Optimal sandblasting conditions for conventional-type yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. *Dental Materials*, 35(1): 169 - 175, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.11.009>
- [58] M. Multigner, E. Frutos, J.L. González-Carrasco, J.A. Jiménez, P. Marín, J. Ibáñez. Influence of the sandblasting on the subsurface microstructure of 316LVM stainless steel: Implications on the magnetic and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: C*. 29(4): 1357 -1360, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2008.11.002>
- [59] X. Li, J. Ye, H. Zhang, T. Feng, J. Chen, X. Hu. Sandblasting induced stress release and enhanced adhesion strength of diamond films deposited on austenite stainless steel. *Applied Surface Science*. 412: 366 - 373, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.03.214>

- [60] H.Y. Wang, R.F. Zhu, Y.P. Lu, G.Y. Xiao, K. He, Y.F. Yuan, X.N. Ma, Y. Li. Effect of sandblasting intensity on microstructures and properties of pure titanium micro-arc oxidation coatings in an optimized composite technique. *Applied Surface Science*. 292: 204 - 212, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.11.115>
- [61] I. Watanabe, K. S. Kurtz, J. L. Kabcenell, T. Okabe. Effect of sandblasting and silicoating on bond strength of polymer-glass composite to cast titanium. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 82(4): 462 - 467, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(99\)70035-1](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(99)70035-1)
- [62] D.D. Kiliç and G. Sayar. The effect of prior sandblasting of the wire on the shear bond strength of two different types of lingual retainers. *International Orthodontics*. 16(2): 294 - 303, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ortho.2018.03.001>
- [63] ISO 11003-2, Standard Test Method for Mixed Mode I-Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber Reinforced Polymer Matrix Composites
- [64] L. A. CARLSSON, J. W. GILLESPIE, JR AND R. B. PIPES Center for Composite Materials University of Delaware Newark, On the Analysis and Design of the End Notched Flexure (ENF) Specimen for Mode II Testing.
- [65] L. Dufour. Caractérisation et modélisation du collage structural multi-matériaux sous sollicitation dynamique. *Mécanique des structures [physics.class-ph]*. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2017. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01578817>
- [66] A.Arrese, N. Carbajal, G. Vargas-Silva, F. Mujika. A new method for determining mode II R-curve by the End-Notched Flexure test. *Engineering Fracture Mechanics - ENG FRACTURE MECH*. 2010. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2009.09.008>
- [67] C. Gerstenberger, T. Osiecki, L. Kroll, P. Scholz, H. Seidlitz. Processing and characterization of cathodic dip coated metal/composite-laminates. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*. 16(3):467 - 472, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.acme.2016.03.001>
- [68] Y. Tan, M. Guo. Using surface free energy method to study the cohesion and adhesion of asphalt mastic. *Construction and Building Materials*. 47: 254 - 260, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.05.067>

- [69] EN ISO 1461: Hot dip galvanized coatings on fabricated iron and steel articles specifications and test methods, July 2009.
- [70] EN ISO 4288: Geometrical Product Specification GPS: Surface texture: Profile method - Rules and procedures for the assessment of surface texture. March 1998.
- [71] EN ISO 4287: Products' Geometric Specification: Surface condition: Profile method- Terms, definitions and surface texture parameters. April 1997.
- [72] NF 10049: Measurement of roughness average Ra and peak count RPc on metallic at products, January 2014.
- [73] ISO 3274: Geometrical Product Specification GPS: Surface texture: Profile method - nominal characteristics of contact (stylus) instruments. December. 1996.
- [74] EN ISO 19403: Paints and varnishes - Wettability - part 2: determination of the surface free energy of solid surfaces by measuring the contact angle. September 2019.
- [75] P. He, K. Chen, and J. Yang. Surface modifications of Ti alloy with tunable hierarchical structures and chemistry for improved metal-polymer interface used in deepwater composite riser. *Applied Surface Science*. 328: 614 - 622, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.12.081>
- [76] M. Zou, S. Beckford, R. Wei, C. Ellis, G. Hatton, M.A. Miller. Effects of surface roughness and energy on ice adhesion strength. *Applied Surface Science*, 257(8): 3786 - 3792, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.11.149>
- [77] Y. Boutar, S. Naomi, S. Mezlini, M. Ben Sik Ali. Effect of surface treatment on the shear strength of aluminium adhesive single-lap joints for automotive applications. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 67: 38 - 43, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2015.12.023>
- [78] J. Godzimirski, J. Kozakiewicz, J. Lunarski, W. Zielecki. The constructional bonding joint of metal elements in machine building. 1997.
- [79] M. Kanerva, E. Sarlin, M. Hoikkanen, K. Rämö, O. Saarela, J. Vuorinen. Interface modification of glass fibre–polyester composite–composite joints using peel plies. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 59: 40 – 52, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2015.01.016>

- [80] NF EN 2243-1: Série aéronautique - Matériaux non-métalliques - Système d'adhésifs structuraux - Méthodes d'essai - Partie 1 : essais de cisaillement d'un joint à recouvrement simple. Mars, 2007.
- [81] ISO 4587: Adhésifs — Détermination de la résistance au cisaillement d'assemblages collés rigide sur rigide à recouvrement simple. Mars, 2003.
- [82] S. T. Freitas, M.D. Banea, S. Budhe, S. de Barros. Interface adhesion assessment of composite-to-metal bonded joints under salt spray conditions using peel tests. *Composite Structures*. 164: 68 - 75, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.12.058>
- [83] C. Ochoa-Putman, UK. Vaidya. Mechanisms of interfacial adhesion in metal-polymer composites – Effect of chemical treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 42(8): 906 - 915, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.03.019>
- [84] F. Bensadoun, D. Depuydt, J. Baets, I. Verpoest , A.W. van Vuure. Low velocity impact properties of flax composites *Composite structure*. 176: 933 - 944, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.05.005>
- [85] A. Chilali, M. Assarar, W. Zouari, H. Kebir, R. Ayad. Effect of geometric dimensions and fibre orientation on 3D moisture diffusion in flax fibre reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composites Part A* 95: 75 - 86, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.12.020>
- [86] A. Chilali, W. Zouari, M. Assarar , H. Kebir, R. Ayad. Effect of water ageing on the load-unload cyclic behaviour of flax fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composite Structures*. 183: 309 - 319, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.03.077>
- [87] M. Rueppel, J. Rion, C. Dransfeld, C. Fischer, K. Masania. Damping of carbon fibre and flax fibre angle-ply composite laminates. *Composites Science and Technology*. 2017.
- [88] A. Ghanbari, M.M. Attar. Surface free energy characterization and adhesion performance of mild steel treated based on zirconium conversion coating: A comparative study. *Surface and Coatings Technology*, 246: 26 - 33, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.02.057>

- [89] M.R. Bambach. Compression strength of natural fiber composite plates and sections of flax, jute and hemp. *Thin-Walled Structures*. 119: 103 - 113, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.tws.2017.05.034>
- [90] K. Haag, J. Padovani, S. Fita, J.P. Trouvé, C. Pineau, S. Hawkins, H.D. Jong, M.K. Deyholos, B. Chabbert, J. Müssig, J. Beaugrand. Influence of flax fiber variety and year-to-year variability on composite properties. *Industrial Crops and Products*. 98: 1 - 9, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.12.028>
- [91] J.P.B. van Dam, S.T. Abrahams, A. Yilmaz, Y. Gonzalez-Garcia, H. Terryn, J.M.C. Mol. Effect of surface roughness and chemistry on the adhesion and durability of a steel-epoxy adhesive interface. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 96: 102450, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2019.102450>
- [92] ISO 25178: Spécification géométrique des produits (GPS) - État de surface: Surfaique - Partie 1: Indication des états de surface. April, 2016.
- [93] NF ISO 9220: Revêtements métalliques - Mesurage de l'épaisseur de revêtement - Méthode au microscope électronique à balayage. April, 1995.
- [94] A. Guzanová, J. Brezinová, D. Draganovská, F. Jaš. A study of the effect of surface pretreatment on the adhesion of coatings, *Journal of Adhesion Science and Technology*. Juin, 2014. <https://doi.org/10.1080/01694243.2014.920762>
- [95] R.L. Fernandes, M.F.S.F.de Moura, R.D.F.Moreira. Effect of moisture on pure mode I and II fracture behaviour of composite bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 68: 30 - 38, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.01.010>
- [96] W.S. Kim, I.H. Yun, J.J. Lee, H.T. Jung. Evaluation of mechanical interlock effect on adhesion strength of polymer-metal interfaces using micro-patterned surface topography. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 30(6): 408 - 417, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2010.05.004>
- [97] P. Kumar, A. Patnaik, S. Chaudhary. Effect of bond layer thickness on behavior of steel concrete composite. *Engineering Structure*. 177: 268 - 282, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2018.07.054>

- [98] L. Hamill, S. Nutt. Adhesion of metallic glass and epoxy in composite-metal bonding. *Composites Part B: Engineering*. 134: 186 - 192, 2018.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.09.044>
- [99] R. Asmatulu, K. S. Erukala, M. Shinde, I.M. Alarifi, M. R. Gorji. Investigating the effects of surface treatments on adhesion properties of protective coatings on carbon fiber-reinforced composite laminates. *Surface and Coatings Technology*. 380: 125006, 2019.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125006>
- [100] A. Bechikh, O. Klinkova, Y. Maalej, I. Tawfiq, R. Nasri, Sandblasting parameters variation effect on the galvanized steel surface chemical composition, roughness and free energy. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 102653, 2020.
<https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2020.102653>