



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE FRERES MENTOURI, CONSTANTINE1
FACULTE DES SCIENCES DE LA TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



N° d'ordre :.....

N° de série :.....

THESE

Présentée pour l'obtention du Diplôme de

DOCTORAT L.M.D

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Construction Mécanique

Élaboration et étude des performances mécaniques des composites à matrice polymère : Application de la Méthodologie de Surface de Réponse

PAR

BENKHELLADI Asma

Soutenue le 20 /05 /2021

Devant le jury :

Président :

Mr. NECIB Brahim

Prof. Université Frères Mentouri, Constantine1

Rapporteur :

Mr. BOUCHOUCHA Ali

Prof. Université Frères Mentouri, Constantine1

Co-rapporteur :

Mr. LAOUICI Hamdi

Prof. Ecole Nationale Supérieure de Technologie Alger

Examineurs :

Mr. CHERFIA Abdelhakim

M.C.A Université Frères Mentouri, Constantine1

Mr. BOUCHELAGHEM Abdelaziz

Prof. Université Badji Mokhtar, Annaba

Mr. LAOUAR Lakhder

Prof. Université Badji Mokhtar, Annaba

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier en premier lieu ALLAH, le tout puissant, de m'avoir donné autant de courage, de patience et de volonté pour atteindre ce but.

La première personne que je tiens à remercier est mon directeur de recherche Monsieur le Professeur BOUCHOUCHA Ali et mon encadrant Monsieur le Professeur LAOUICI Hamdi, pour leurs confiances et ses judicieux conseils qui ont constitué un apport considérable dans la réalisation de ce travail.

Je remercie également Monsieur Mr. NECIB Brahim, Professeur à L'Université Frères Mentouri, Constantine1, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider le jury.

Mes remerciements s'adressent également aux membres de jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'accepter de participer au jury :

- ✓ Mr. CHERFIA Abdelhakim, maitre conférence A à Université Frères Mentouri, Constantine1,
- ✓ Mr. BOUCHELAGHEM Abdelaziz, Professeur à l'Université Badji Mokhtar, Annaba,
- ✓ Mr. LAOUAR Lakhder, Professeur à l'Université Badji Mokhtar, Annaba.

J'adresse un salut spécial à Dr. MOUADJI Youssef, le chef de département génie mécanique et aux ingénieurs d'école nationale polytechnique de Constantine. Pour son aide précieuse.

Ma reconnaissance aux ingénieurs d'Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie d'Annaba (ENSMM). Enfin, on remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce modeste travail.

Dédicace

Merci Allah (mon dieu) de m'avoir donné la capacité d'écrire et de réfléchir, la force d'y croire, la patience d'aller jusqu'au bout du rêve et le bonheur de lever mes mains vers le ciel et de dire " Ya ALLAH "

*Je dédie ce modeste travail à **mon père**, école de mon enfance, qui a été mon ombre durant toutes les années des études, et qu'a veillé tout au long de ma vie à m'encourager, à me donner l'aide et à me protéger. Que dieu le garde et le protège.*

*A celle qui m'a donné la vie, le symbole de tendresse, qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite, à **ma mère**.*

*A mes chères **sœurs** Ahlem, Célia, Lyna et Mayar*

*A **mon cher frère** Mohamed Ilyes.*

*A mes **grands mère** Pour leur soutien morale et leurs sacrifices le long de ma formation.*

A tous mes amis et toutes les personnes qui m'ont aidé afin de réaliser ce travail.

Asma

Résumé :

Depuis l'apparition des premières pièces en résines renforcées par des fibres synthétiques, comme les fibres de kevlar, les fibres de carbone ou les fibres de verre, l'utilisation des matériaux composites dans les applications industrielles tend à augmenter depuis plusieurs années (vers 1940), et cela dans toutes les industries : automobile, aéronautique, spatiale, marine, bâtiment, médicale, etc. D'autre part, les composites renforcés de fibres naturelles ont attiré une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur biodégradabilité et leur disponibilité.

L'objectif principal de notre étude consiste à élaborer un nouveau bio-composite hybride renforcé par des fibres naturelles/naturelles. Les pourcentages des fibres de ce dernier sont obtenus par l'optimisation statistique des propriétés mécaniques des bio-composites renforcés par des fibres individuelles.

Pour cela, on a effectué les étapes suivantes :

- en premier lieu, il s'agit de la détermination des propriétés mécaniques (traction et flexion) et chimique (ATG, DRX et MEB) des matériaux utilisés (résines : polyester et époxyde ; fibres : sisal, lin et jute).
- en second lieu, les bio-composites (sisal/polyester, lin/polyester, jute/polyester, sisal/époxyde, lin/époxyde et jute/époxyde) sont élaborés suivant le plan d'expérience Box-Behnken et testés en traction et en flexion. À partir des résultats obtenus, une modélisation et une optimisation ont été développées dans le but de maximiser les propriétés mécaniques des bio-composites sollicités en traction et en flexion. Une confirmation de ces résultats a été établie par l'élaboration des nouvelles combinaisons des bio-composites hybrides.
- les meilleurs résultats en traction ont été enregistrés pour une combinaison entre les fibres de jute et les fibres de lin (14,4 % et 5,6%), traitées par le bicarbonate pendant environ 4 h. alors que, les meilleures performances mécaniques en flexion correspondent à un forçement par 17,4 % de fibre de jute et 2,6 % de fibre de sisal, traitée par bicarbonate durant 5 h55.
- enfin, une classification des différents paramètres influençant le comportement mécanique des bio-composites, tels que le type de fibre, le type de traitement chimique, le taux de renforcement et la durée de traitement, est présentée.

Mots clés : bio-composites; fibres végétales; bio-composite hybride; RSM; ANOVA; modélisation; optimisation.

Abstract:

Since the appearance of the first resin parts reinforced with synthetic fibers, such as Kevlar fibers, carbon fibers or glass fibers, the use of composite materials in industrial applications has increased for several years (1940) in all industries: automotive, aeronautics, space, marine, construction, medical, etc. On the other hand, composites reinforced with natural fibers have attracted more and more attention due to their low cost, their biodegradability and their availability.

The main objective of this work is to develop a new hybrid bio-composite reinforced with natural/natural fibers. The percentages of fibers are obtained by on statistical optimization of the mechanical properties of bio-composites reinforced with the individual fiber composites in the tensile and bending tests. In order to define the optimal material, the following steps were taken:

- Firstly, the mechanical properties (tensile and bending) and chemical (TGA, DRX and MEB) of the materials used (resins: polyester and epoxy; fibers: sisal, flax and jute) was carried out.
- Secondly, the bio-composites (sisal/polyester, flax/polyester, jute/polyester, sisal/epoxy, flax/epoxy and jute/epoxy) are developed according to the Box-Behnken experimental design and tested in tensile and bending. From these, a modeling and optimization are opted in order to maximize the tensile and flexural mechanical properties in tensile and bending tests. In addition, confirmation of the optimization results was achieved through the development of the new hybrid combinations.
- The best tensile results were recorded for a combination of jute fibers and flax fibers (14.4% and 5.6%), treated with bicarbonate for approximately 4 hours. whereas, the best mechanical performance in bending correspond to a reinforcement of 17.4% of jute fiber and 2.6% of sisal fiber, treated with bicarbonate for 5 h 55.
- Finally, the effects of input variables such as type of fibers, types of chemical treatment, volume fraction and treatment duration of fiber on the mechanical properties of composite materials were investigated.

Keywords: bio-composites; vegetable fibers; hybrid composite; RSM; ANOVA; modeling; optimization.

ملخص :

منذ بداية ظهور القطع الأولى المصنعة من البوليمير المدعم بالألياف الصناعية مثل الكفلار، ألياف الكربون و ألياف الزجاج، ازداد التهاافت نحو استعمال هذه المواد الجديدة في كافة الصناعات كصناعة السيارات، الطائرات، الصناعة البحرية و الفضائية وكذا الانشاءات و الصناعة الطبية. من جهة أخرى، جذبت المواد المركبة المدعمة بالألياف الطبيعية اهتمام المصنعين و ذلك راجع الى سعرها المنخفض، تواجدها في الطبيعة وكذا الانحلال الطبيعي . نستطيع تعريف المواد البيو مركبة بالمواد التي تدخل في صناعتها مجموعة من الألياف في نفس المرصوفة.

الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو تصنيع مواد مركبة مدعمة بالألياف الطبيعية النباتية باستعمال الشروط المثالية التي تم الحصول عليها عن طريق التحليل الاحصائي لبيو مركبة المقوى بالألياف الغير مركبة. ولهذا الغرض قمنا بالخطوات التالية:

- في البداية، قمنا بتوصيف ميكانيكي (الشد و الانحناء) وكيميائي (MEB, DRX, ATG) للمواد المستعملة في هذه الدراسة (البوليستير، الايبوكسي، كذلك ألياف كل من سيزال, الكتان و الجوت).

-ثم قمنا بصناعة و توصيف المركبات الطبيعية (البوليستير/ألياف سيزال، البوليستير/ألياف الكتان، البوليستير/ألياف الجوت، الايبوكسي/ألياف سيزال، الايبوكسي/ألياف الكتان، الايبوكسي/ألياف الجوت) وفق المخطط التجريبي بوكس بيهنكن (BBDS). باستغلال النتائج المعطاة مما سبق، استطعنا نمذجة وتحديد الشروط المثالية لتحسين الخصائص الميكانيكية للمواد كالشد، الانحناء وكذا الضغوطات المركبة (شد/انحناء). باستعمال النتائج المثالية المتحصل عليها، قمنا انجاز المواد الجديدة التي تستوفي هذه الشروط.

- النتائج المثالية للخصائص الميكانيكية في حالة الشد تحققت باستعمال نوعين من العناصر الداعمة: ألياف الخيش بنسبة 14,4 % وكذا ألياف الكتان بنسبة 5,6 % المعالجة ببيكربونات الصوديوم و هذا لمدة أربعة ساعات. أما بالنسبة للخصائص الميكانيكية المثالية في حالة الانحناء فقد سجلت عند استعمال 17,4 % من ألياف الخيش و 2,6 % من ألياف السيزال المعالجة ببيكربونات الصوديوم لمدة 5 ساعات و 55 دقيقة.

-وفي الأخير استطعنا تحديد العناصر المؤثرة على الخصائص الميكانيكية كنوع الألياف المستعملة، نوع المعالجة الكيميائية، نسبة تدعيم المرصوفة وكذا مدة المعالجة الكيميائية.

الكلمات المفتاحية : المواد المدعمة الطبيعية؛ الألياف النباتية؛ المواد المدعمة المركبة؛ RSM؛ ANOVA؛ نمذجة؛ تحديد الشروط المثالية.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	I
DEDICACES	II
RESUMES	III
TABLE DES MATIÈRES	VI
INDEX DES FIGURES	VIII
INDEX DES TABLES	XII
INDEX DES SYMBOLE.....	XIV
INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre I : GÉNÉRALITÉS & ÉTAT DE L'ART	
I.1 INTRODUCTION	5
I.2 DEFINITION D'UN MATERIAU COMPOSITE	5
I.3 CLASSIFICATION DES MATERIAUX COMPOSITES.....	5
I.3.1 Classification des composites suivant la nature des composants	6
I.3.2 Classification des composites suivant la forme des constituants	6
I.4 CONSTITUANTS D'UN MATERIAU COMPOSITE.....	7
I.4.1 Résines.....	7
I.4.2 Charges et additifs	10
I.4.3 Renforts	11
I.5 FIBRES VEGETALES	14
I.5.1 Structure d'une fibre végétale (composition chimique)	14
I.5.2 Classification des fibres végétales	17
I.6 PROCESSUS D'EXTRACTION DES FIBRES VEGETALES	21
I.6.1 Rouissage biologique	22
I.6.2 Rouissage chimique	22
I.6.3 Rouissage mécanique	22
I.7 TRAITEMENT DE SURFACES DES FIBRES	23
I.7.1 Méthodes physiques	23
I.7.2 Méthodes chimiques	24
I.8 AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES FIBRES VEGETALES	25
I.9 COMPARAISON ENTRE LES FIBRES NATURELLES ET LES FIBRES DE VERRE	25
I.10 DOMAINE D'APPLICATION	26
I.11 ÉTAT DE L'ART SUR LES BIO COMPOSITES	27
I.11.1 Traitement chimique	27
I.11.2 Variation de la fraction volumique	32
I.11.3 Hybridation par deux ou plusieurs types de fibres	34
I.12 CONCLUSION	33
Chapitre II : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES & CARACTÉRISATIONS	
II.1 INTRODUCTION	38
II.2 MATERIAUX	38
II.2.1 Fibres	38
II.2.2 Mesure des diamètres des fibres	38
II.2.3 Traitement de surface.....	39
II.2.4 Matrices utilisées.....	41
II.3 ÉLABORATION DES PLAQUES DE BIO-COMPOSITES	42
II.3.1 Calcul de densité des échantillons.....	42
II.3.2 Calcul des teneurs en volumes des renforts.....	43

II.3.3	Fabrication des plaquettes de bio-composites.....	43
II.4	CARACTERISATION CHIMIQUE DES FIBRES	45
II.4.1	Visualisation des fibres.....	45
II.4.2	Analyse thermique gravimétrique (ATG) des fibres.....	47
II.4.3	Diffraction des rayons X.....	50
II.5	MACHINE D’ESSAI MECANIQUE	51
II.6	CARACTERISATION MECANIQUE DES FIBRES VEGETALES UTILISEES	52
II.7	CARACTERISATION DES RESINES	55
II.7.1	Élaboration des éprouvettes des résines	55
II.7.2	Caractérisation en traction des résines	57
II.7.3	Caractérisation en flexion des résines.....	59
II.8	ESSAI DE FLEXION 3-POINTS	61
II.9	PLAN D’EXPERIENCE	61
II.9.1	Essais par plans d'expériences.....	61
II.9.2	Plans d'expériences	62
II.9.3	Plans pour surfaces de réponse.....	66
II.9.4	Essais par la méthode de variation d'un facteur à la fois.....	68
II.10	CONDITIONS EXPERIMENTALES.....	69
II.10	CONCLUSION	69
Chapitre III : CARACTÉRISATIONS DE BIOCOSPOSITE		
III.1	INTRODUCTION	71
III.2	METHODOLOGIE DE SURFACE DE REPONSE « MSR ».....	71
III.3	MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES	73
III.4	MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES EN TRACTION SIMPLE.....	77
III.4.1	Contrainte maximale en traction (σ_t)	77
III.4.2	Module d'élasticité en traction (E_t)	83
III.4.3	Comparaison entre les valeurs expérimentales et estimées en traction.....	89
III.4.4	Optimisation des paramètres d'entrée en traction simple.....	90
III.4.5	Méthodes de fabrication des composites hybrides.....	93
III.5	MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES EN FLEXION TROIS POINTS.....	96
III.5.1	Contrainte maximale en flexion (σ_f)	98
III.5.2	Module d'élasticité en flexion (E_f)	103
III.5.3	Comparaison entre les valeurs expérimentales et estimées en flexion.....	108
III.5.4	Optimisation des paramètres d'entrée en flexion trois points.....	109
III.6	CONCLUSION	114
Chapitre IV : ÉTUDE STATISTIQUE ET MODELISATION		
IV.1	INTRODUCTION	117
IV.2	COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES EN TRACTION	117
IV.2.1	Influence du type de fibre.....	117
IV.2.2	Influence du type de traitement chimique.....	119
IV.2.3	Influence du pourcentage de la fibre.....	122
IV.3	COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES EN FLEXION TROIS POINTS.....	124
IV.3.1	Influence du type de fibre.....	124
IV.3.2	Influence du type de traitement chimique.....	126
IV.3.3	Influence du pourcentage de fibre.....	129
IV.4	CONCLUSION.....	131
	CONCLUSION GENERALE	132
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	135
	ANNEXES	142

INDEX DES FIGURES

CHAPITRE I		
Figure I.1	Structure d'un matériau composite	5
Figure I.2	Classification des composites selon la nature	6
Figure I.3	Classification des constituants d'un composite	7
Figure I.4	Constituants d'un composite	7
Figure I.5	Classification des types de matrices	8
Figure I.6	Composition chimique d'une résine polyester	9
Figure I.7	Groupe époxyde	10
Figure I.8	Différentes formes des renforts	12
Figure I.9	Classification des renforts suivant leurs natures	12
Figure I.10	Fibre végétale à différentes échelles (méso et microscopique)	14
Figure I.11	Molécule de la cellulose	15
Figure I.12	Molécule de l'hémicellulose	15
Figure I.13	Formule chimique de lignine	16
Figure I.14	Formule chimique de pectine	16
Figure I.15	(a) plante de lin ; (b) section transversale des faisceaux de lin	17
Figure I.16	a) fibre de lin; b) schéma représentatif de la structure de la fibre de lin	18
Figure I.17	(a) plante de jute ; (b) fibre de jute après extraction	19
Figure I.18	(a) fibre de jute après extraction ; (b) structure cellulaire de la fibre de jute	19
Figure I.19	(a) plante de sisal ; (b) fibre de sisal	20
Figure I.20	Section transversale de la fibre de sisal	21
Figure I.21	Différentes techniques d'extraction des fibres végétales	21
Figure I.22	Utilisation des fibres naturelles avec des bio composites	26
Figure I.23	Applications des composites en fibres naturelles	27
Figure I.24	Effet de traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau et la densité des fibres	28
Figure I.25	Image de MEB des fibres de bambou (a) non traitées ; (b) traité par NaOH ; (c) traité par plasma ; (d) traité par ozone	28
Figure I.26	Image de MEB (a) des fibres non traitées et (b) des fibres traitées	29
Figure I.27	Contrainte maximale à la traction (a) allongement (b) et module de Young (c) de fibre de lin non traité et traité à 4 et 8%	30
Figure I.28	Test de FTIR des fibres de chanvre traité par éthanol (WHF), NaOH (AHF) et silane (SHF)	31
Figure I.29	Changement des propriétés mécaniques des composites renforcés par les fibres bambou (a) contrainte à la traction, (b) module de Young, (c) contrainte à la flexion, (d) module de flexion	31
Figure I.30	Résultats des essais de Charpy et d'Izod	32
Figure I.31	Résultats des essais de traction des différentes fractions volumique renforcement par fibre d'alfa	33
Figure I.32	(a) contrainte maximale en traction ; (b) module de Young en traction des composites renforcés par des fibres de sisal	33
Figure I.33	(a) contrainte maximale en flexion ; (b) module de Young en flexion des composites renforcés par des fibres de sisal	34

Figure I.34	Présentation de contrainte maximale et module de Young des différents composites	35
Figure I.35	Variation du module de stockage en fonction de température	35
CHAPITRE II		
Figure II.1	Fibres utilisées : (a) sisal, (b) jute et (c) lin	38
Figure II.2	Microscope OX3245.....	39
Figure II.3	Images de microscope optique de fibre : (a) sisal, (b) jute et (c) lin	39
Figure II.4	Traitement chimique des fibres : (a) par NaOH et (b) par NaHCO ₃	40
Figure II.5	Résine polyester utilisées	41
Figure II.6	Résine époxyde utilisée	42
Figure II.7	Préparation des plis de fibre de lin couturés (300 × 300) mm.....	44
Figure II.8	Mise en œuvre des plaques en composites par le moulage sous vide..	44
Figure II.9	Exemples des plaquettes stratifiées de bio-composites fabriquées.....	44
Figure II.10	Tronçonneuse à disque en diamant utilisée pour la découpe des plaques stratifiées	45
Figure II.11	Les éprouvettes de traction et flexion 3 points obtenus selon la norme ASTM D3039.....	45
Figure II.12	Photos du Microscope à balayage électronique model Quanta 250 (a) vue générale et (b) porte échantillons	46
Figure II.13	Micrographies obtenues par MEB de la section longitudinale de la fibre de lin : (a) non traité, (b) traité par NaHCO ₃ et (c) traité par NaOH	46
Figure II.14	Micrographies obtenues par MEB de la section longitudinale de la fibre de sisal : (a) non traité, (b) traité par NaHCO ₃ et (c) traité par NaOH	47
Figure II.15	Micrographies obtenues par MEB de la section longitudinale de la fibre de jute : (a) non traité, (b) traité par NaHCO ₃ et (c) traité par NaOH.....	47
Figure II.16	Machine ATG model METTLER TOLEDO	48
Figure II.17	les spectres ATG des trois types de fibres étudiées non traitées, traitées par NaOH et traitées par bicarbonate : (a) jute, (b) sisal et (c) lin.....	49
Figure II.18	Courbes de DRX des fibres de jute, lin et sisal non traitées.....	51
Figure II.19	Machine d'essai universelle de marque EZ20 ; (a) position de traction et (b) position de flexion.....	52
Figure II.20	Caractérisation des fibres en traction jusqu'à la rupture (exemple de la fibre de sisal)	53
Figure II.21	Courbes de traction des fibres de longueur 10 mm : (a) fibre de jute, (b) fibre de sisal et (c) fibre de lin.....	54
Figure II.22	Gabarit.....	55
Figure II.23	Mélange de silicone et le durcisseur.....	56
Figure II.24	Moulage des gabarits.....	56
Figure II.25	Moule fini.....	56
Figure II.26	Exemple des éprouvettes finies pour la traction.....	57
Figure II.27	Caractérisation des résines en traction jusqu'à la rupture.....	57
Figure II.28	Exemple d'une éprouvette en résines sollicitée en traction jusqu'à la rupture.....	57

Figure II.29	Courbes de traction simple des résines (époxyde et polyester).....	58
Figure II.30	Principe d'essai de flexion de résine.....	59
Figure II.31	Représentation graphique des essais de caractérisation en flexion trois points pour les résines (a) époxyde et (b) polyester.....	60
Figure II.32	Domaine de variation du «variable», constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.....	63
Figure II.33	Définition de l'espace expérimental.....	64
Figure II.34	Niveaux des paramètres d'entrée définissant des points expérimentaux dans l'espace expérimental.....	64
Figure II.35	Définition du domaine d'étude par l'expérimentateur.....	65
Figure II.36	Définition de la surface de réponse.....	65
Figure II.37	Plan composite pour deux variables.....	66
CHAPITRE III		
Figure III.1	Logigramme de la RMS	73
Figure III.2	Courbes de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur la contrainte maximale à la rupture en traction pour les deux résines utilisées (a) et (b)	80
Figure III.3	Diagramme 3D de surface pour la contrainte maximale à la rupture en traction (σ_t) en fonction les paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures.....	82
Figure III.4	Courbes des effets principaux sur la contrainte maximale à la rupture en traction pour les deux résines utilisées (a) résine époxyde et (b) résine polyester.....	83
Figure III.5	Courbes de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur le module d'élasticité en traction pour les deux résines utilisées (a) et (b).....	86
Figure III.6	Diagramme 3D de surface pour le module d'élasticité en traction (E_t) en fonction les paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures	88
Figure III.7	Courbes des effets principaux sur le module d'élasticité en traction (E_t) pour les deux résines utilisées (a) et (b)	89
Figure III.8	Courbes comparatives des valeurs expérimentales et estimées des paramètres technologiques en traction simple pour les deux résines (a) et (b).....	90
Figure III.9	Méthode de détermination du pourcentage des fibres en valeurs réelles	93
Figure III.10	Courbes de confirmation des bio-composites hybrides en traction pour les deux résines utilisées.....	95
Figure III.11	Comparaison entre les bio-composites hybrides et individuels.....	96
Figure III.12	Courbes de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur la contrainte maximale en flexion pour les deux résines utilisées.....	100
Figure III.13	Courbes des effets principaux sur la contrainte maximale à la rupture en flexion pour les deux résines utilisées.....	101
Figure III.14	Diagramme 3D de surface pour la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f) en fonction les paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures.....	102
Figure III.15	Courbe de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur le module d'élasticité en flexion pour les deux résines utilisées.....	105

Figure III.16	Courbes illustrant les effets principaux sur le module d'élasticité en flexion E_f pour les deux résines utilisées.....	106
Figure III.17	Diagramme 3D de surface pour le module d'élasticité en flexion E_f en fonction des paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures.....	107
Figure III.18	Courbes comparatives des valeurs expérimentales et estimées des paramètres technologiques en flexion trois points, pour les deux résines utilisées (a) et (b)	108
Figure III.19	Méthode de détermination du pourcentage des fibres en valeurs réelles.....	110
Figure III.20	Représentation schématique de différentes configurations de stratifiées unidirectionnelles de bio-composites hybride.....	111
Figure III.21	Courbes de confirmation des bio-composites hybrides en flexion pour les deux résines utilisées (a) et (b)	113
Figure III.22	Comparaison entre les bio-composites hybrides et individuels.....	114
Figure III.23	Exemple typique d'une coupe transversale de l'éprouvette HCE02.....	115
CHAPITRE IV		
Figure IV.24	Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de fibre ' X_1 ' lors de la traction traitée par NaHCO_3 , $X_3 = 15$ wt. % et $X_4 = 12$ h	118
Figure IV.25	Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de traitement (X_2) lors de la traction à $X_3 = 15$ wt.% et $X_4 = 12$ h	120
Figure IV.26	Micrographie obtenue par MEB de la vue longitudinale de la fibre de sisal : (a) non traitée, (b) traitée par NaHCO_3 et (c) traitée par NaOH ..	121
Figure IV.27	Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du pourcentage de fibre (X_3), lors de la traction à X_2 avec NaHCO_3 et $X_4 = 12$ h	123
Figure IV.28	Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de fibres (X_1) lors de la traction à $X_2 = \text{NaHCO}_3$, $X_4 = 15$ wt. % et $X_4 = 12$ h	125
Figure IV.29	Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de traitement (X_2) lors de la traction à $X_3 = 15$ wt. % et $X_4 = 12$ h	127
Figure IV.30	Image obtenue par MEB d'un bio-composite renforcé par des fibres de lin traitées par NaHCO_3	128
Figure IV.31	Image obtenue par MEB d'un bio-composite renforcé par des fibres de jute traitées par NaHCO_3	126
Figure IV.32	Image obtenue par MEB d'un bio-composite renforcé par des fibres de sisal traitées par NaHCO_3	128
Figure IV.33	Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du pourcentage de fibre (X_3) lors de la flexion à $X_2 = \text{NaHCO}_3$ et $X_4 = 12$ h.....	130

INDEX DES TABLEAUX

CHAPITRE I		
Tableau I.1	Avantages et inconvénients des résines polyester	9
Tableau I.2	Avantages et inconvénients de la résine époxyde	10
Tableau I.3	Principales caractéristiques mécaniques des fibres synthétiques	13
Tableau I.4	Composition chimique de la fibre de lin	18
Tableau I.5	Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de lin	18
Tableau I.6	Composition chimique de la fibre de jute	19
Tableau I.7	Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de jute	20
Tableau I.8	Composition chimique de la fibre de sisal	21
Tableau I.9	Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de sisal	21
Tableau I.10	Avantages et inconvénients des fibres végétales	25
Tableau I.11	Comparaison entre les fibres naturelles et la fibre de verre	25
Tableau I.12	Exemples des pièces en composite à renfort végétal utilisées par certains constructeurs automobiles	26
Tableau I.13	Caractéristiques mécaniques des bio composites renforcés en flexion	29
Tableau I.14	Caractéristiques mécaniques des bio composites en compression	29
CHAPITRE II		
Tableau II.1	synthèse des résultats d'ATG.....	50
Tableau II.2	Caractéristiques mécaniques des fibres (sisal, jute et lin).....	53
Tableau II.3	Caractéristiques mécaniques en traction des résines	59
Tableau II.4	Caractéristiques mécaniques en flexion des résines	61
Tableau II.5	Plans composites	67
Tableau II.6	Plans hybrides	68
Tableau II.7	Plans de Doelhert	68
Tableau II.8	Plans de Box-Behnken	68
Tableau II.9	Conditions de travail	69
CHAPITRE III		
Tableau III.1	Paramètres technologiques suivant le plan de Box-Behnken en traction	76
Tableau III.2	ANOVA pour la contrainte maximale en traction (σ_t)	78
Tableau III.3	ANOVA pour le module d'élasticité en traction (E_t).....	84
Tableau III.4	Conditions d'optimisation utilisées en traction	92
Tableau III.5	Optimisation par MSR des paramètres technologiques (σ_t et E_t) en traction	92
Tableau III.6	Valeurs optimales réelles des paramètres d'entrée	93
Tableau III.7	Désignations et configurations des éprouvettes de bio-composites...	94
Tableau III.8	Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites du bio-composite hybride sollicité en traction	94
Tableau III.9	Paramètres technologiques suivant le plan de Box-Behnken en flexion	97
Tableau III.10	ANOVA pour la contrainte maximale en flexion (σ_f)	98
Tableau III.11	ANOVA pour le module d'élasticité en flexion (E_f)	103
Tableau III.12	Conditions d'optimisation utilisées en flexion	109

Tableau III.13	Optimisation par MSR des paramètres technologiques (σ_f et E_f) en flexion	109
Tableau III.14	Valeurs optimales des paramètres d'entrée en terme réelles	110
Tableau III.15	Désignations et configurations des éprouvettes de bio-composites...	112

INDEX DES SYMBOLES

symbole Latin

α_0	Terme constant de l'équation de régression
b , [mm]	Largeur de l'éprouvette
E_f , [MPa]	Module de Young en flexion
E_t , [GPa]	Module d'élasticité en traction
F , [N]	Force appliquée
h , [mm]	Epaisseur de l'éprouvette
L , [mm]	Longueur entre les appuis
N	Nombre d'essais
n	Nombre de paramètres d'entrée
N_c	Nombre de paramètres centraux
N_{nf}	Nombre des niveaux du facteur f
R^2	Coefficient de détermination
SEC	Somme des carrés
SEC _{erreur}	Somme des carrés des résidus (ou erreurs)
SCE _R	Variance résiduelle
SEC _{totaux}	Somme des carrés totaux
V_f , [%]	Teneur en volume de renfort
V_m , [%]	Teneur en volume de la matrice
w_f , [%]	Teneur en poids de renfort
w_i	Fonction de pondération
w_m , [%]	Teneur en poids de la matrice
X_1	Type de fibre
X_2	Type de traitement chimique
X_3 , wt. %	Pourcentage de fibre
X_4 , [h]	Durée de traitement
Y_1 (ou E_t), [GPa]	Module d'élasticité en traction
Y_2 (ou E_f), [GPa]	Module d'élasticité en flexion
Y_3 (ou σ_t), [MPa]	Contraintes maximales à la rupture en traction
Y_4 (ou σ_f), [MPa]	Contrainte maximale à la rupture en flexion
\bar{y}	Moyenne totale de la réponse Y
Y_i	Réponse Y observée pour l'essai i
\bar{y}_i	Moyenne de la réponse Y pour le niveau i
y_{mod}^i	Réponse Y calculé par le modèle pour l'essai i

Symbole Grec

α	Taux de confiance
ϵ_f	Déformation relative
ρ_c , [g/cm ³]	Densité du composite
ρ_f , [g/cm ³]	Densité de renfort
ρ_m , [g/cm ³]	Densité de la matrice
σ_f , [MPa]	Contrainte maximale à la rupture en flexion
σ_t , [MPa]	Contraintes maximales à la rupture en traction

Acronymes

ANOVA	Analysis of variance
ASTM	American Society for Testing and Materials
ATG	Analyse Thermique Gravimétrique

CM	Carrés Moyens
Cont. %	Contribution
ddl	Degrés de liberté
di	Désirabilité
F-value	Valeur de Fisher
FTIR	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
MEB	Microscope à Balayage Electronique
MMC	Méthode des moindres carrés
MSR	Méthode de Surface de Réponse
Prob.	Probabilité

INTRODUCTION GENERALE

Les politiques actuelles concernant les matières plastiques sont basées sur trois principes: le respect de l'environnement et des hommes, la réduction des déchets et des matières polluantes et le remplacement des matières issues du pétrole par des matières renouvelables et disponibles en quantité suffisante. La substitution des polymères de synthèse par des polymères préparés à partir de ressources renouvelables, ainsi que des fibres synthétiques par des fibres naturelles est un sujet de recherche d'actualité pour de nombreuses raisons économiques, environnementales et de marketing.

Les avantages les plus importants des polymères sont la facilité de mise en œuvre, la productivité et la réduction des coûts. Pour de nombreuses applications, les propriétés des polymères sont modifiées en utilisant des renforts pour optimiser les propriétés mécaniques. Les matériaux polymères renforcés par des fibres synthétiques, comme les fibres d'aramide, les fibres de carbone ou les fibres de verres sont très utilisés dans divers domaines d'application, comme ceux de l'automobile, de la construction, de l'aéronautique, et des sports. Les fibres de verres sont les plus utilisées grâce à leur faible coût, leur facilité de production et leurs propriétés mécaniques spécifiques importantes. Cependant, le problème rencontré lors de l'utilisation de ces matériaux vient de leurs impacts négatifs pour l'homme et pour l'environnement (allergie de la peau, cancer pulmonaire, etc.).

Les composites renforcés de fibres naturelles ont donc attiré une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité et leur disponibilité (par exemple la plante d'Alfa se trouve en grande quantité en Algérie et dans les pays méditerranéens), leur facilité de mise en œuvre, leur haut module spécifique, leur aspect non abrasif et leur capacité à être recyclé, etc. Ces avantages présentent de l'intérêt pour des applications dans divers domaines tel que la vie quotidienne (meublier, plancher, pots, etc.) et l'industrie automobile. De nombreux travaux de recherche [BAL 04, BEL 15, BOO 13 et FIO 17] ont mis en valeur les avantages et les limitations intrinsèques de ces matériaux. Malgré le développement des composites à fibres naturelles, de nombreuses difficultés doivent être surmontées:

- ✓ l'incompatibilité des fibres cellulosiques avec certains polymères. Cette incompatibilité provient de la nature hydrophile des fibres végétales et au caractère plus hydrophobe de

la matrice. Cela constitue une difficulté majeure sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des charges entre le renfort et la matrice ;

- ✓ la seconde difficulté provient de la très grande diversité et la variabilité des fibres naturelles. Leurs caractéristiques physico-mécaniques sont très délicates à maîtriser. De plus, les propriétés mécaniques des fibres d'origine végétale varient considérablement dans la même espèce et d'une espèce à l'autre.

La structure de la présente étude expérimentale est divisée en trois parties : la première partie s'intéresse à l'évaluation, la classification et la modélisation des différents paramètres physiques ou paramètres d'entrée (le type de traitement chimique, la fraction volumique, le type de fibre de renforcement et la durée de traitement chimique) qui influent sur les propriétés mécaniques des bio-composites (contrainte maximale et module de Young en traction et flexion trois points), en utilisant la Méthodologie des Surfaces de Réponse MSR. Dans la deuxième partie, une optimisation des performances mécaniques a été étudiée dans le but de maximiser ces dernières. En troisième partie, l'élaboration et l'étude du comportement statique des bio-composites hybrides de fibres naturelles/naturelles obtenues par l'optimisation statistique des paramètres d'entrée des propriétés mécaniques des bio-composites à fibres individuelles ont été étudiés.

Dans ce contexte, ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres :

- le premier chapitre dresse un état de l'art sur les fibres de renforcement des matériaux composites à savoir les fibres synthétiques et naturelles et plus particulièrement les fibres végétales. Un aperçu général sur les fibres végétales a été présenté, tout en mettant l'accent sur la présentation de la structure des fibres, les propriétés mécaniques et physiques de quelques fibres, les différentes méthodes d'extraction des fibres ainsi que quelques méthodes utilisées pour le traitement chimique de la surface des fibres dans le but d'améliorer l'interface fibre/matrice. En outre, les avantages et les limitations de l'utilisation des fibres végétales sont également améliorées, suivis par une comparaison entre les fibres synthétiques et naturelles. Le chapitre se termine par une citation des domaines d'application des fibres végétales ainsi que quelques études menées sur ces derniers. Enfin, la dernière partie du chapitre a été consacrée à la discussion des récents travaux de recherche dans le domaine de caractérisation des bio-composites.

- le deuxième chapitre expose l'élaboration des bio-composites renforcées par les différentes fibres (sisal, jute et lin). Ainsi que la présentation des différents dispositifs utilisés comme la machine à essai, le MEB, la DSC, etc. suivi par une caractérisation chimique et mécanique des fibres et des matrices (polyester et époxyde). Quant à la dernière partie, elle est dédiée à la présentation des plans d'expériences et des conditions prises dans cette étude.
- le troisième chapitre concerne l'étude statistique des résultats expérimentaux des paramètres technologiques par le logiciel Design Expert V8 de la détermination des modèles mathématiques pour les différents phénomènes étudiés (les modules d'élasticité et les contraintes maximales à la rupture) suivant un plan d'expérience incomplet de Box-Behnken à 29 essais. Il consiste à déterminer la combinaison optimale des paramètres d'entrée (le type de traitement chimique, la fraction volumique, le type de fibre de renforcement et la durée de traitement chimique) sur les paramètres technologiques et leurs degrés d'influence. Le logiciel (Matlab V16) est aussi utilisé pour la présentation des courbes en 3D des paramètres de sortie en fonction des paramètres d'entrée.
- le chapitre quatre, traite le comportement mécanique des bio-composites (la contrainte maximale et le module de Young) en traction et flexion en fonction de type de fibre, le type de traitement chimique et le pourcentage de fibre en utilisant la méthode uni factorielle.

En dernier lieu, on a élaboré une conclusion générale suivie d'une liste de références bibliographiques et des annexes.

CHAPITRE

I

Chapitre I : GÉNÉRALITÉS & ÉTAT DE L'ART

I.1	INTRODUCTION	5
I.2	DEFINITION D'UN MATERIAU COMPOSITE	5
I.3	CLASSIFICATION DES MATERIAUX COMPOSITES	5
I.4	CONSTITUANTS D'UN MATERIAU COMPOSITE	7
I.5	FIBRES VEGETALES	14
I.6	PROCESSUS D'EXTRACTION DES FIBRES VEGETALES	21
I.7	TRAITEMENT DE SURFACES DES FIBRES	23
I.8	AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES FIBRES VEGETALES	25
I.9	COMPARAISON ENTRE LES FIBRES NATURELLES ET LES FIBRES DE VERRE	25
I.10	DOMAINE D'APPLICATION	26
I.11	ÉTAT DE L'ART SUR LES BIO COMPOSITES	27
I.12	CONCLUSION	36

Chapitre II : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES & CARACTÉRISATIONS

Chapitre III : ÉTUDE STATISTIQUE ET MODELISATION

Chapitre IV : ANALYSE DU COMPORTEMENT DE BIO-COMPOSITE

I.1 INTRODUCTION

Au cours des dernières décennies, les fibres naturelles végétales ont attiré une attention particulière comme renfort dans les matériaux composites à base de polymères, en raison des avantages qu'elles fournissent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre et de carbone.

En prenant en considération les enjeux du développement durable vers la mise en valeur et la gestion des ressources renouvelables, les matériaux bio composites tendent à considérer un critère écologique à travers l'utilisation des matières naturelles recyclables.

Ce chapitre ne réside pas en une simple représentation des fibres utilisées pour le renforcement des matériaux composites à savoir les fibres synthétiques et naturelles. Mais, plutôt de mettre l'accent sur les fibres végétales. Un récapitulatif sur les différentes méthodes d'extraction et de traitement de surface est recommandé, une représentation des avantages et les inconvénients de ces fibres ainsi que leurs domaines d'application. Enfin, on clôturera ce chapitre par une représentation des différents travaux de recherche étudiés le comportement des matériaux composites renforcé par des fibres naturelles.

I.2 DEFINITION D'UN MATERIAU COMPOSITE

Un matériau composite est un matériau constitué de deux matériaux ou plus macroscopiquement homogènes habituels. On appelle un matériau composite une dispersion de renfort sous forme continu ou discontinu dans une matrice qui joue le rôle d'un liant et de transmission des charges appliquées (Fig. I.1) [KHA 02].

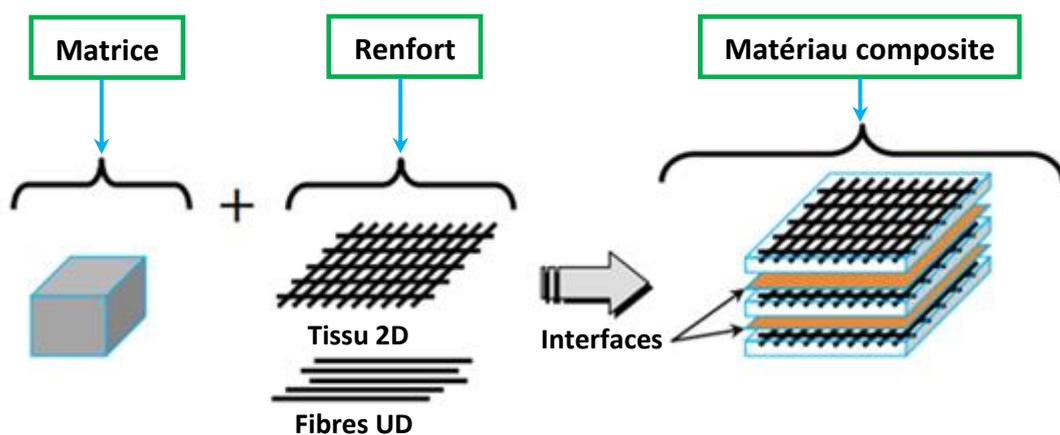


Fig. I.1 Structure d'un matériau composite

I.3 CLASSIFICATION DES MATERIAUX COMPOSITES

Les composites peuvent être classés suivant la nature des composants ou bien selon la forme du composant [BER 10].

I.3.1 Classification des composites suivant la nature des composants

Le classement des composites se fait selon la nature de la matrice. On distingue trois types des composites : à matrice organique, métallique et minérale (Fig. I.2).

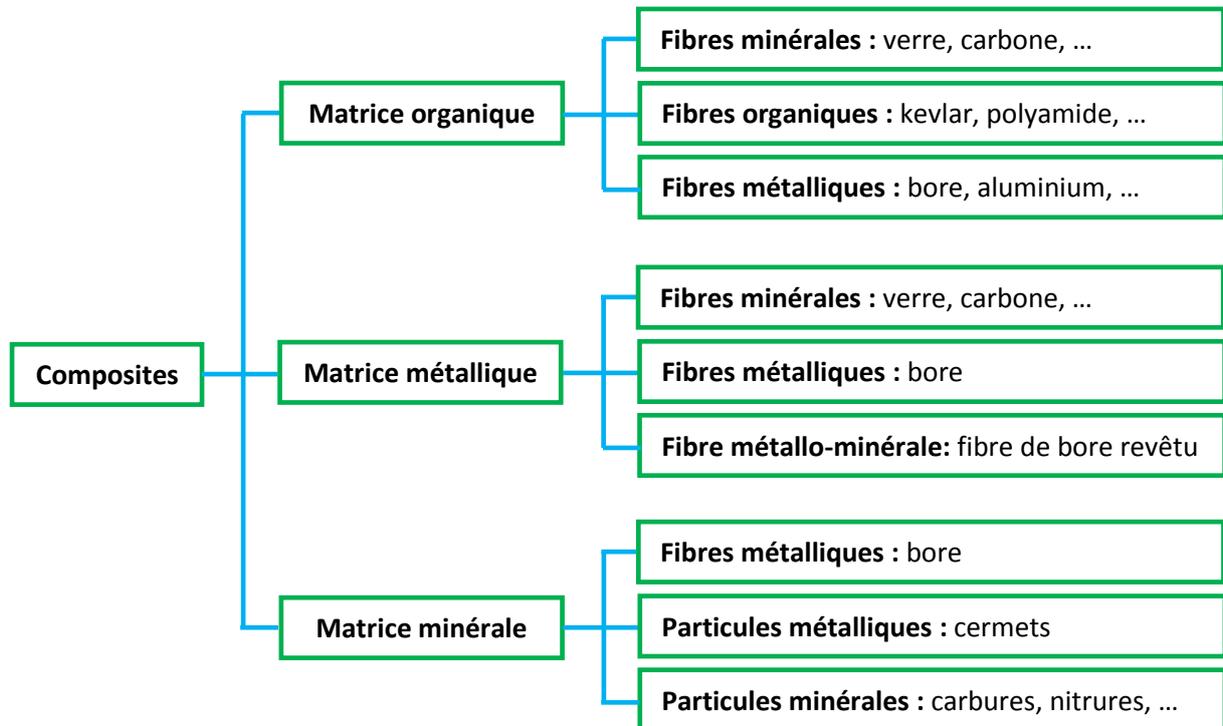


Fig. I.2 Classification des composites selon la nature [BER 10]

I.3.2 Classification des composites suivant la forme des constituants

On peut classer les composites selon la forme des constituants en deux familles des composites à fibre et des composites à particule (Fig. I.3).

a) Composite à fibre

On appelle un composite par composite à fibre si l'armature utilisée est de forme fibreuse, soit continue (fibre longue, tissus, mats, etc.) ou bien sous forme discontinue (fibre courte). L'orientation, l'arrangement ainsi que les propriétés mécaniques et physiques de ces derniers influent sur le comportement mécanique de composite [BOU 04].

b) Composite à particule

Le renfort utilisé dans le cas des composites à particules a une forme de particule (sphère généralement). Contrairement aux fibres, les particules n'ont pas une dimension privilégiée. Le but d'utilisation de ces derniers c'est l'amélioration de certaines propriétés telles que la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution de retrait, etc. Mais aussi, les particules sont utilisées comme des charges afin de réduire le prix de composites [BER 10].

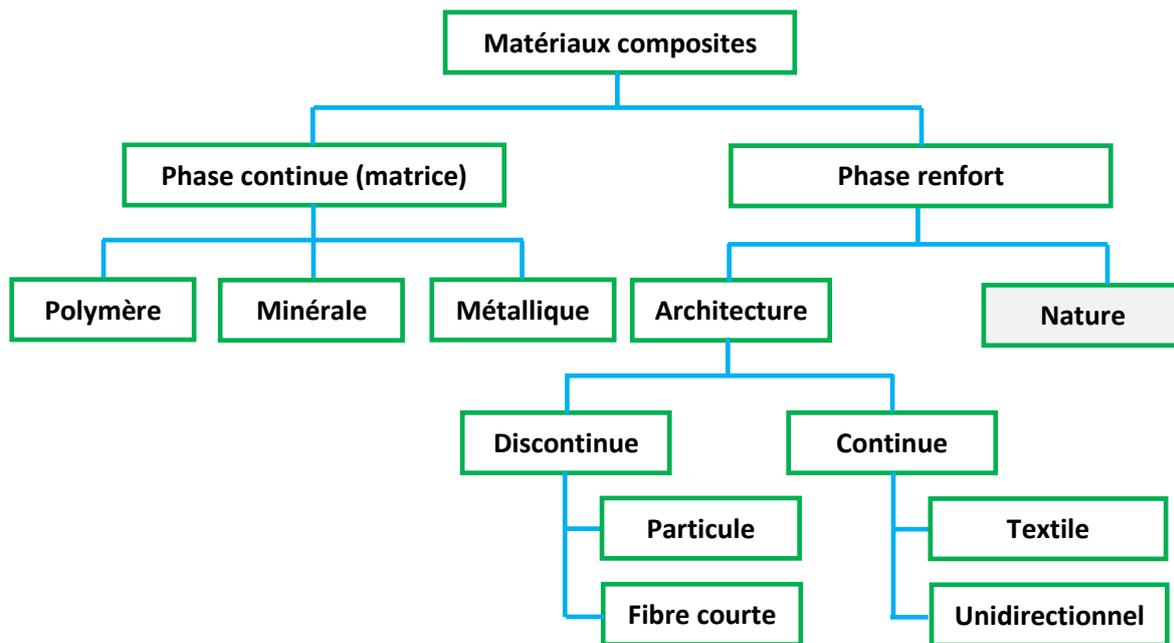


Fig. I.3 Classification des constituants d'un composite [BER 10]

I.4 CONSTITUANTS D'UN MATERIAU COMPOSITE

Un matériau composite est constitué d'une ossature appelée renfort. Cette dernière vis à supporter les charges de structure et assurer la rigidité. Un liant appelé matrice, qui assure la cohésion et l'orientation des renforts. De plus, pour améliorer les performances des composites, des charges et des additifs peuvent être ajoutés (Figs I.3 et I.4).

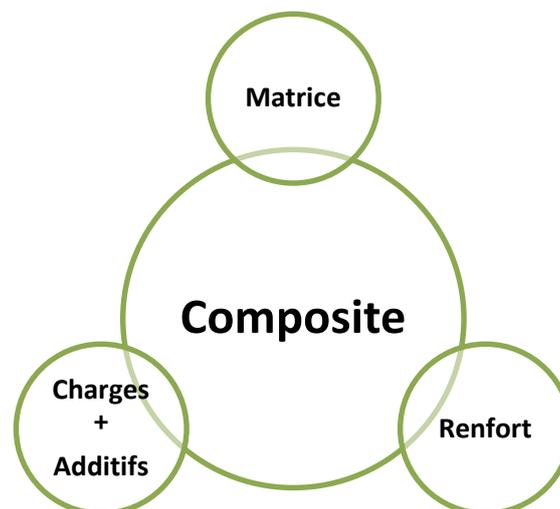


Fig. I.4 Constituants d'un composite

I.4.1 Résines

La matrice maintient les fibres dans leur direction principale, distribue les efforts entre les fibres, fournit une résistance à la propagation de fissures, et détermine toutes les

propriétés de cisaillement du composite. Elle limite en général la température d'utilisation du composite. La matrice permet de lier les fibres du renfort fibreux entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). La matrice est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres.

Il existe plusieurs types de matrices: les résines thermodurcissables et élastomères. D'autre part, dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés. On utilise des matériaux en carbone lorsque les températures de 2200°C peuvent être atteintes. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée dans la figure I.5 [GOR 11].

Le choix de ces derniers a une relation avec les performances mécaniques, chimiques et physiques désirées. Ainsi que la compatibilité entre les constituants d'un composite. Les deux types de résines les plus utilisés sont les résines thermodurcissables et thermoplastiques. Les résines thermodurcissables et thermoplastiques sont des polymères, qui, après un traitement thermique ou physico-chimique (catalyseur, durcisseur), se transforment en des produits essentiellement infusibles et insolubles. Ces résines ont donc la particularité de ne pouvoir être mises en forme qu'une seule fois. Dans notre étude, on s'intéresse plus particulièrement, à un polymère de la famille des thermodurcissables.

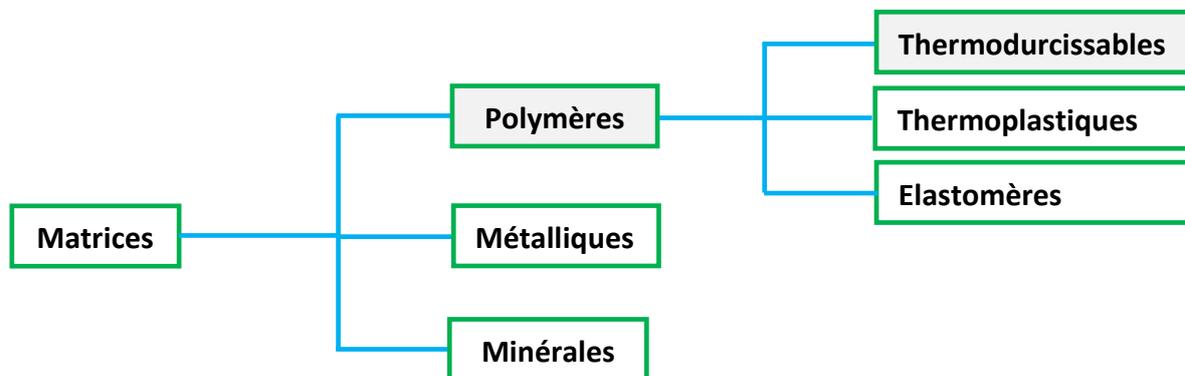


Fig. I.5 Classification des types de matrices [REN 05]

Les polymères sont des matériaux assez déformables. Ils présentent une bonne compatibilité avec les fibres. Ces derniers sont livrés en forme semi fini. Ils se transforment sous l'action de chaleur à des polymères finis, par la création des liaisons entre les chaînes pré polymérisées afin d'avoir une structure tridimensionnelle. Il existe trois types de polymères : thermodurcissables, thermoplastiques et élastomères.

I.4.1.1 Résines thermodurcissable

Les résines thermodurcissables sont des polymères insaturés transformées en un produit essentiellement infusible et insoluble après traitement thermique (chaleur, radiation) ou physico-chimique (catalyse, durcisseur). Cette réaction produite lors de la polymérisation conduite à avoir des structures géométriques qui ne peuvent pas être détruites sauf avec une grande énergie thermique. Les résines thermodurcissables aussi procèdent de bonnes caractéristiques thermiques comparant aux résines thermoplastiques. Il existe plusieurs types de résines thermodurcissables [REN 05].

a) Résine polyester

Ce sont des résines insaturées basées sur le regroupement ester (-CO-O-) répété et combiné avec des regroupements aliphatiques (Fig. I.6) [REN 05].

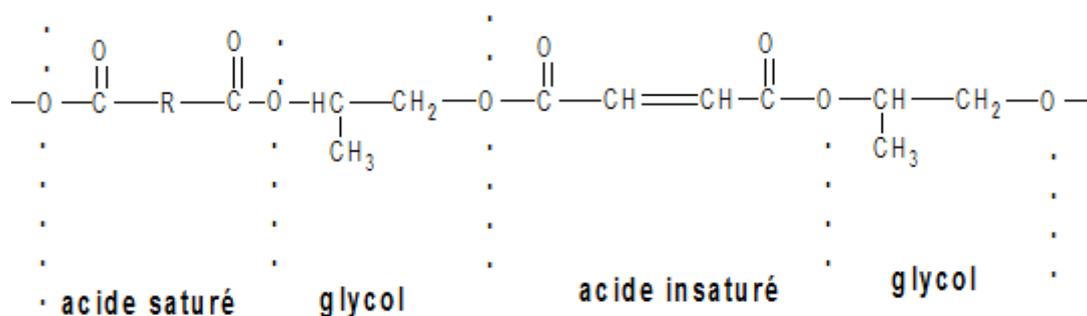


Fig. I.6 Composition chimique d'une résine polyester

Suivant leurs modules d'élasticité, les résines polyester sont classées en résine souple, semi rigide et rigide. Les résines polyester utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont du type rigide. Ces derniers procèdent des avantages et des inconvénients présentés dans le tableau suivant (Tableau I.1) [BER 10].

Tableau I.1 Avantages et inconvénients des résines polyester

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ✓ bonne rigidité ; ✓ bonne mouillabilité ; ✓ bonne tenue chimique ; ✓ faible cout de production. 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ tenue médiocre en température <120°C en service ; ✓ sensibilité à la fissuration (chocs) ; ✓ retrait important (8 à 10%) ; ✓ mauvais comportement à la vapeur ; ✓ Inflammabilité et dégradation par UV.

b) Résines époxydes

Ce sont des résines très réactif employées pour des composites à haute performance. Ces résines sont les plus utilisées après les polyesters insaturés. Mais elle ne présente que 5% du marché à cause de leurs prix élevés (trois fois plus que celui de polyester). La résine

époxyde a une structure qui contient le groupe époxyde présenté ci-dessus (Fig. I.7) [REN 05].

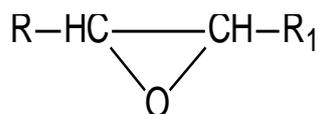


Fig. I.7 Groupe époxyde [REN 05]

Parmi les avantages et les inconvénients de la résine époxydes, on peut citer quelqu'une présenté dans le tableau ci-dessus (Tableau I.2) [BER 10].

Tableau I.2 Avantages et inconvénients de la résine époxyde

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ✓ très bonne propriétés mécaniques ; ✓ bonne tenue à la température (jusqu'à 150–190°C) en service ; ✓ excellente résistance chimique ; ✓ faible retrait au moulage (de 0,5 à 1%) ; ✓ très bonne mouillabilité ; ✓ excellente adhérence. 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ temps de polymérisation long ; ✓ coût élevé ; ✓ la nécessité de prendre les précautions lors de la mise en œuvre (très réactif) ; ✓ sensibilité à la fissuration.

c) Résines vinyle ester

Ce sont des résines intermédiaires entre le polyester et l'époxyde. Ces dernières ont de bonnes caractéristiques mécaniques ainsi que de très bonnes performances chimiques. De plus, ces résines sont plus résistantes au vieillissement environnemental que les polyesters [REN 05].

I.4.1.2 Résines thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des chaînes polymères reliées entre elles par de faibles liaisons. Ils sont recyclables et possèdent au moins un solvant. Les thermoplastiques représentent le plus grand tonnage en termes de production, à cause de leur facilité de mise en œuvre et des faibles coûts. Ils peuvent être, alternativement ramollie par chauffage et durci par refroidissement dans un intervalle de température spécifique du polymère étudié. Parmi les thermoplastiques utilisées, on cite : le polychlorure de vinyle (PVC), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polyamide (PA), les polycarbonates (PC), etc. [DUT 04].

I.4.2 Charges et additifs

Ce sont des produits différents qui peuvent être incorporés à la résine, pour améliorer certaines caractéristiques particulières ou bien réduire les coûts [BER 10].

a) Charges

On désigne sous le nom général de charge, toute substance inerte, minérale ou végétale, qui est ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électrique ou thermique. De plus elle permet d'améliorer l'aspect de surface ou bien, simplement, de réduire le prix de revient du matériau transformé. On appelle les charges incorporées par renfort, celles utilisées pour l'amélioration des caractéristiques mécaniques de la résine, ou non renfort pour diminuer le coût des résines en conservant leur performance [MIC 03].

b) Additifs

Ils sont nécessaires pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort fibreux et la matrice et de modifier l'aspect ou les caractéristiques de la matière à laquelle ils sont ajoutés. Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- lubrifiants et agents de démoulage ;
- pigments et colorants ;
- agents anti-retraits ;
- agents anti-ultraviolets ;
- accélérateur ;
- catalyseur [BER 10].

I.4.3 Renforts

L'utilisation des renforts dans les matériaux composites assure la rigidité, la résistance à la rupture, la dureté. Elle améliore aussi les caractéristiques physiques et électriques telles que le comportement thermique, la résistance à l'abrasion etc. Le renfort doit être très faible en terme de masse volumique, le plus rigide possible, avoir une bonne compatibilité avec la matrice utilisée, ainsi que pas cher (faible coût). Les renforts peuvent être classés suivant leurs formes ou bien suivant leurs natures [BER 10].

I.4.3.1 Classification des renforts suivant leurs formes

Les renforts sont classés suivant leurs formes en trois types : linéiques, surfaciques et tridimensionnelles (Fig. I.8). Les renforts linéiques ce sont des filaments fabriqués en des diamètres de quelques micromètres regroupés en fils ou bien mèches. Contrairement aux renforts surfaciques qui sont des ensembles de fibres disposées dans le plan, maintenu entre

eux avec un liant soluble ou non dans la matrice, soit d'une manière aléatoire (fibre continue ou discontinue) formant des mats, ou bien d'une façon organisée (fibre en chaîne et trame) formant des tissus. Les renforts tridimensionnels sont des tissages réalisés d'une manière 3D ou 4D, en utilisant un seul type de fibre ou bien plusieurs. La structure la plus simple est celle de 3D suivant les trois directions orthogonales [BER 10].

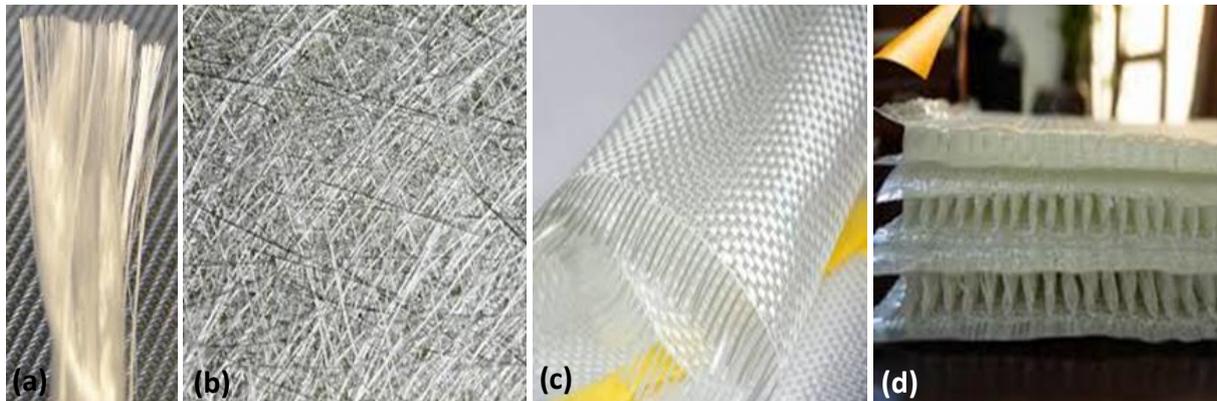


Fig. I.8 Différentes formes des renforts : (a) linéique, (b) mats, (c) tissu, (d) tridimensionnels

I.4.3.2 Classification des renforts suivant leurs natures

Les différents classements des renforts sont indiqués dans la figure I.9 [SOL 11].

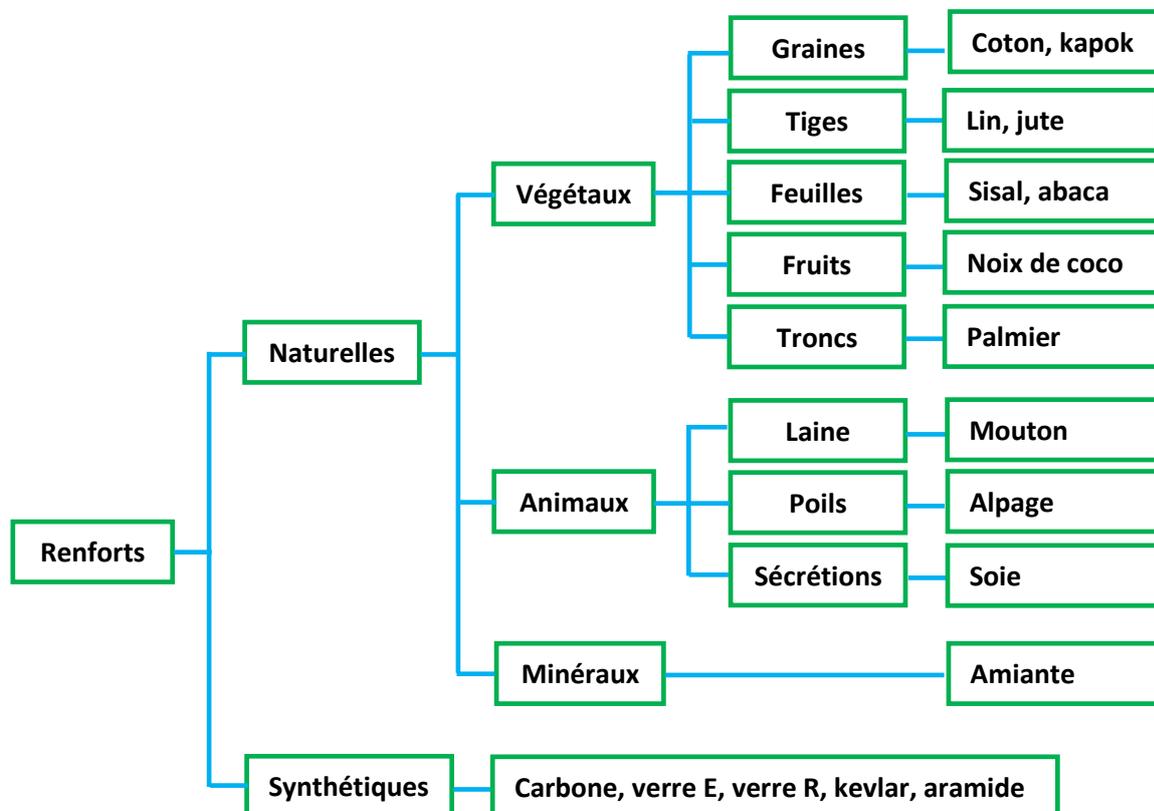


Fig. I.9 Classification des renforts suivant leurs natures

a) *Fibres synthétiques*

La famille des fibres synthétiques regroupe plusieurs types de fibres comme le nylon, le polypropylène, l'acyle, le polyester, etc. Elles sont apparues à la fin du XIX^{ème} siècle sous le nom de rayonne. Elles sont dérivées de la cellulose naturelle.

Aujourd'hui, la plupart des fibres synthétiques proviennent de produits dérivés du pétrole et de polymères dont la structure ressemble à celle des matières plastiques. La première fibre plastique commercialisée avec succès est le nylon, date de 1938. Depuis, de nombreux synthétiques dont les fibres acrylique, l'aramide, l'oléfine, et le polystyrène sont apparus. Ces fibres ont également été étudiées à des fins industrielles très précises, telles que la fabrication des matériaux d'isolation, tissus pare-balles, les fuselages et ailes d'avion.

Cependant, le gros avantage des fibres synthétiques est que la qualité ne diminue pas malgré un recyclage en boucle. Les fibres recyclées prennent une place de plus en plus grande dans l'univers du textile. Ces fibres couvrent une grande partie d'utilisation dans le monde à cause de leur coût de production bas et la facilité de fabrication. Elles sont souvent connues pour leurs propriétés infroissables. Les principales fibres synthétiques sont les polyesters, les polyamides, les polyuréthanes, les élasthannes et les acryliques. On note aussi, que les fibres artificielles telles que celles de verre et de carbone sont les plus utilisées dans le domaine industriel en général et dans le domaine du génie civil en particulier.

Les propriétés mécaniques de quelques fibres synthétiques sont regroupées dans le tableau I.3 [MOH 05].

Tableau I.3 Principales caractéristiques mécaniques des fibres synthétiques

Fibres	Densité (g.cm ⁻³)	Limite de traction (MPa)	Allongement (%)	Moule d'Young (GPa)	Diamètre (µm)
Carbone	1,78	2800	0,5	200	8
Verre E	2,54	3400	4,8	73	3–30
Verre R	2,48	4400	5,4	86	3–30
Kevlar	–	2900	2,3	130	1,45
Aramide	1,45	3100	2	70	12

b) *Fibres naturelles*

Les fibres naturelles se sont des fibres extraites à partir des plantes (dites fibres végétales), ou à partir d'une source animale (poile, laine, sécrétion), ou bien d'une source minérale (amiante). Les chercheurs se sont intéressés à l'exploitation de la fibre naturelle en

tant que renfort pour les matériaux composites à cause de leurs biodégradabilités, leurs faibles coûts et leurs hautes performances qui peuvent accomplir des intérêts économiques pour les industriels [SMI 05]. Dans notre étude, on s'intéresse aux fibres végétales.

I.5 FIBRES VEGETALES

Les fibres végétales se sont des fibres extraites à partir des plantes. Ces dernières peuvent être classées suivant deux divisions primaire et secondaire. Les plantes primaires produisent que des fibres par exemple : le jute, chanvre, sisal, coton, etc. par contre les fibres d'ananas, l'agave, le palmier dattier, coco, etc. sont extraite à partir des plantes dites secondaires. Les fibres d'origine végétale sont constituées majoritairement de la cellulose et possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles d'origine animale qui se composent de protéines [PIC 08].

I.5.1 Structure d'une fibre végétale (composition chimique)

La fibre végétale est un composite en elle-même. Les composantes principales de cette fibre sont la cellulose, hémicellulose, lignine, pectines, et la cire [MOH 05] et [AMR 15]. La présentation d'une fibre à des échelles différentes : méso et microscopique est montrée dans la figure I.10.

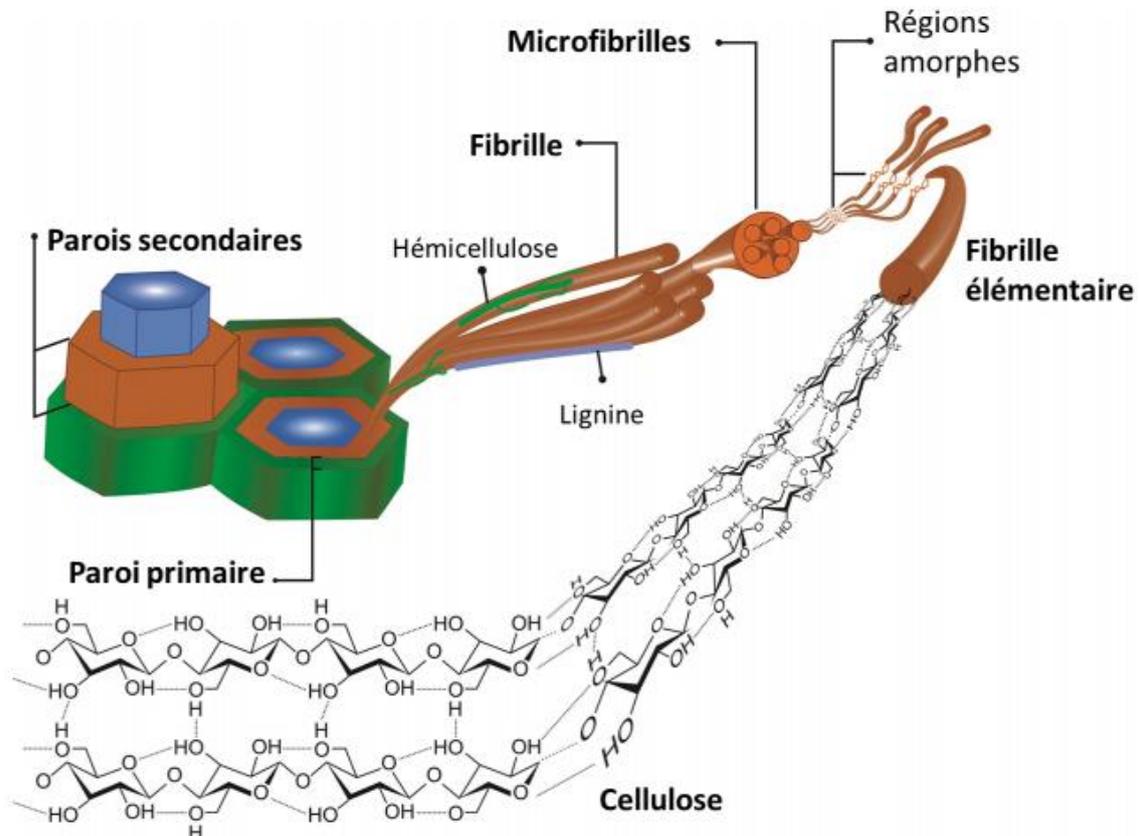


Fig. I.10 Fibre végétale à différentes échelles (méso et microscopique)

a) Cellulose

La cellulose est un homopolymère naturel, elle représente le constituant principal de la paroi cellulaire de nombreux végétaux, notamment les plantes et les arbres. La teneur en cellulose constitue 15 % à 99 %. Elle se compose principalement des unités de répétition de D-anhydroglucose ($C_6H_{11}O_5$) et ce dernier est regroupé par 1,4- β -D- glycosidiques. Le degré de polymérisation est aux alentours de 10000 (Fig. I.11). Chaque unité de répétition contient trois groupes d'hydroxyle. Ces groupes d'hydroxyle et leur capacité à la liaison hydrogène jouent un rôle important en dirigeant l'emballage cristallin et régissant également les propriétés physiques de la cellulose [MOH 05].

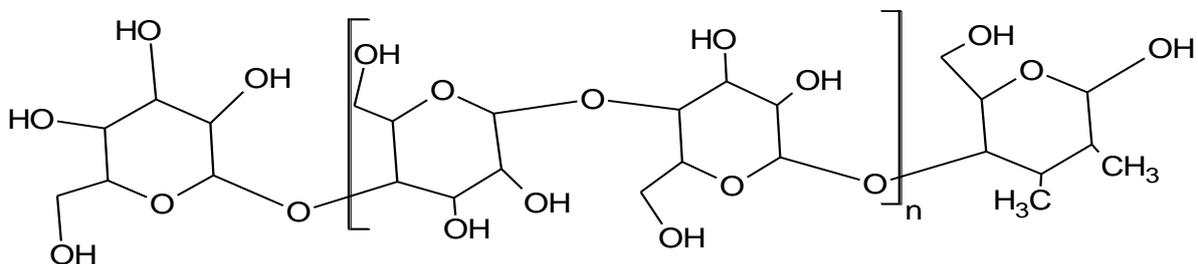


Fig. I.11 Molécule de la cellulose

b) Hémicellulose

L'hémicellulose est un polymère relié avec différents types de sucres, et constitué d'un groupe de polysaccharides composé de 5-6 boucles de combinaison de carbone de sucre (Fig. I.12). Cette dernière diffère de la cellulose dans plusieurs aspects. Par exemple, elles contiennent plusieurs éléments de sucre différents, tandis que la cellulose contient une unité de 1,4- β -D- glucopyranose seulement [MOH 05].

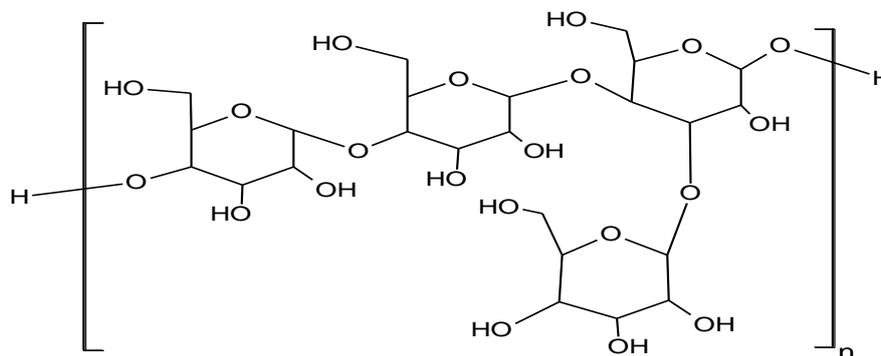


Fig. I.12 Molécule de l'hémicellulose

c) Lignine

La lignine est un hydrocarbure complexe du polymère avec les constituants aliphatiques et aromatiques. Ils sont totalement insolubles dans la plupart des solvants et ne

peuvent pas être décomposés aux éléments monomériques. La lignine est totalement amorphe et hydrophobe de nature. C'est un mélange qui donne la rigidité aux plantes. C'est un copolymère complexe qui se caractérise par une liaison tridimensionnelle des constituants aliphatiques et aromatiques (Fig. I.13) [OLE 99].

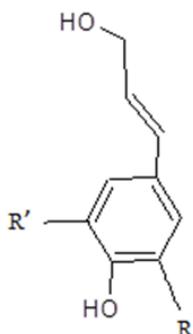


Fig. I.13 Formule chimique de lignine

d) Pectines et les cires

Les pectines ou bien les hétéros-polysaccharides, ont pour but de donner la souplesse aux plantes. Les cires sont la dernière partie des fibres et elles se composent de différents types d'alcools. La fibre végétale peut être considérée comme un bio-composite de fibrille de cellulose liée par une lignine et une matrice d'hémicellulose [OLE 99].

Généralement, les propriétés mécaniques à savoir la résistance à la traction et le module d'Young augmentent avec l'augmentation du pourcentage de la cellulose dans les fibres. La dureté des fibres dépend de l'angle micro-fibrillaire des fibres végétales et devient plus ductile si les micro-fibrillaires a une orientation spiralée tout au long de l'axe de la fibre. Ces dernières seront rigides, inflexibles et auront une haute résistance, si les microfibrilles sont parallèlement installées à l'axe de la fibre (Fig. I.14) [OLE 99].

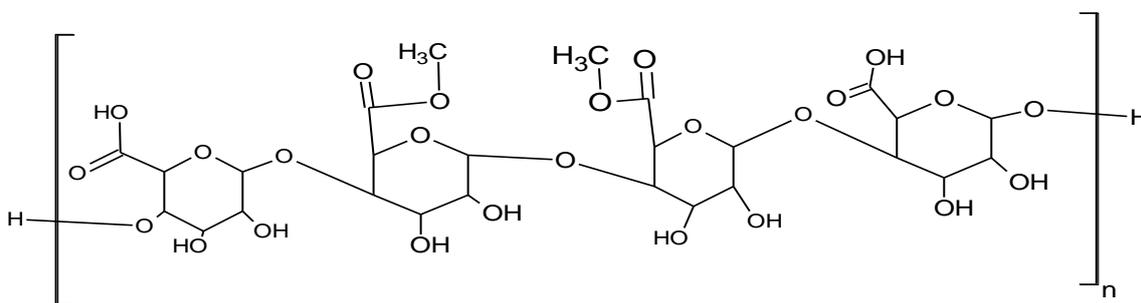


Fig. I.14 Formule chimique de pectine

e) Extractibles

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur dénomination. La composition en extractibles

varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur. Il s'agit de tanins, de pectines, de sucre et d'autres composés.

I.5.2 Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées par de nombreux systèmes. L'une des façons fondamentales de classer ces fibres est à partir de quelle partie de plante sont extraites [PIC 08]. Il existe cinq types de base (Fig. I.3):

- Graine : coton et kapok ;
- Tige : exemple jute, lin, chanvre et kenaf ;
- Feuille : tel que banane, sisal, l'agave et l'ananas ;
- Fruit : noix de coco ;
- Troncs : comme le palmier.

a) Lin

La fibre de lin est une fibre appartient à la famille des linacées (la variété cultivée est la *Linum usitatissimum* ; ce qui signifie lin extrêmement utile) (Fig. I.15a). Cette fibre est l'une de plus anciennes fibres utilisés dans le monde (plus de 5000 ans).

La formation des fibres se fait tout au long de la croissance de la plante en périphérie des tissus conducteurs. Une tige comporte trente à quarante faisceaux de fibres disposés longitudinalement. La section d'un faisceau contient entre dix à quarante fibres liées entre elles principalement par la pectine (Fig. I.15b) [PIC 08].

La microstructure d'une fibre de lin représentée dans la figure I.16b est très complexe. Cette dernière est composée de plusieurs couches centrée par une cellule dite cellule concentrique qui diffère d'une fibre à l'autre en terme de diamètre.

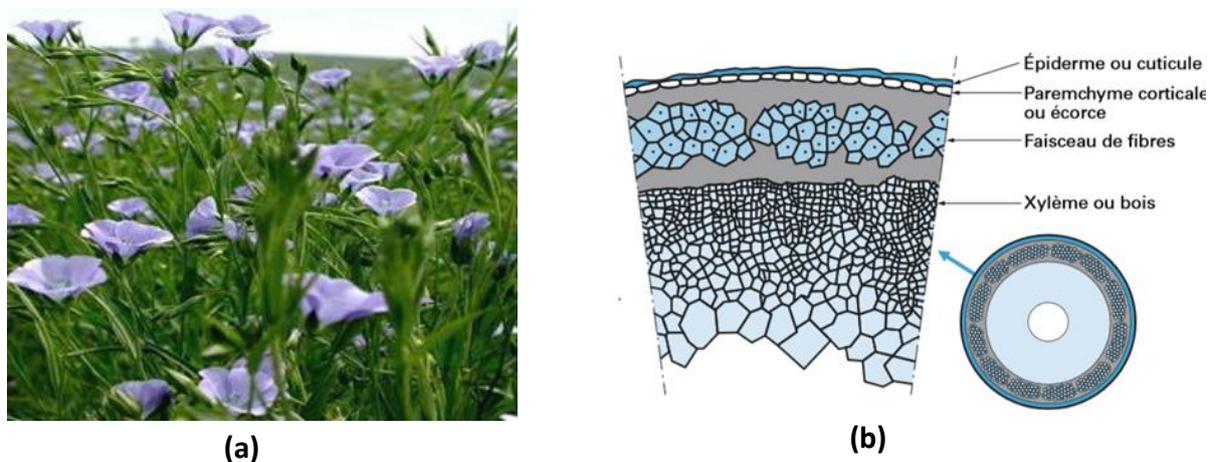


Fig. I.15 (a) plante de lin ; **(b)** section transversale des faisceaux de lin

La fibre de lin est composée de cellulose, hémicellulose, lignine et quelque trace de pectine et cire, avec des quantités variante selon la région implantation, l'âge de plante et la méthode d'extraction etc. la cellulose est un constituant semi cristallin qui présente une très grande rigidité. Par contre le hémicellulose se sont des chaines amorphes avec une densité moléculaire inférieure à celle de cellulose ce qui rend ce dernier soluble dans l'eau. La lignine et la pectine jouent le rôle des agents de liaison [LIB 14].

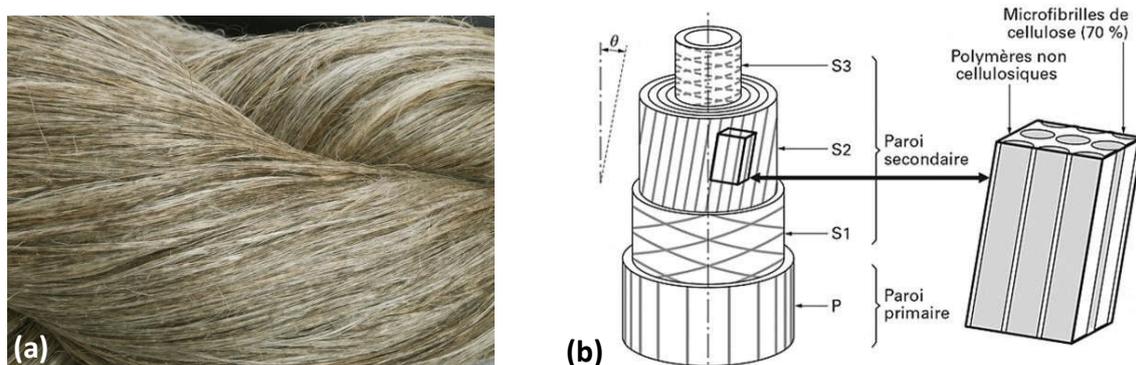


Fig. I.16 (a) fibre de lin; **(b)** schéma représentatif de la structure de la fibre de lin

Le tableau I.4 représente la composition chimique suivante différente références. On remarque que le constituant dominant c'est la cellulose avec un pourcentage d'environ 70% [KUR 99].

Tableau I.4 Composition chimique de la fibre de lin

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Lignine (%)	Cire (%)
64,1	16,7	1,8	2,0	1,5
67	11	–	2,0	–
73,8	13	–	2,9	–
71–75	18,6–20,6	2,3	2,2	1,7

Le tableau I.5 représente quelques propriétés mécaniques et physiques de la fibre de lin. Le diamètre de cette dernière varie entre 10 et 21 [μm] avec une densité de 1,4 à 1,53 [g/cm^3]. La contrainte maximale enregistrée pour cette fibre est de 343–2000 [MPa] avec un module d'élasticité entre 27 à 103 [GPa].

Tableau I.5 Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de lin

Diamètre [μm]	Densité [g/cm^3]	Contrainte maximale à la traction [MPa]	Module de Young [GPa]	Allongement à la rupture (%)
600–12	1,5–1,4	343–2000	103–27,6	3,3–1,2
60–10	1,52	840	100	1,8
17,8 \pm 5,8	1,53	1339 \pm 486	58 \pm 15	3,27 \pm 0,4
15 \pm 0,6	1,53	1381 \pm 419	71 \pm 25	2,1 \pm 0,8

b) Jute

Le jute est une plante tropicale (genre corchourous) appartenant à la famille Tiliacées (Fig. I.17a). Dans un milieu humide et chaud, la tige de jute peut atteindre 3 [m] de hauteur avec un diamètre de 3 [cm] au bout de 4 à 6 mois. Les principaux producteurs de la fibre de jute sont l'Inde, le Bangladesh et la Chine [AMA 05].



Fig. I.17 (a) plante de jute ; **(b)** fibre de jute après extraction

La structure cellulaire de la fibre de jute est composée de cellulose entourée d'une structure amorphe de lignine et d'hémicellulose (Fig. I.18b). L'architecture moléculaire de ces fibres diffère de l'une à l'autre. Chaque cellule de fibre est composée de deux parois primaire et secondaire comme toute fibre de nature végétale. Les parois sont constituées de micro fibrilles croisées entre eux [ROY 12].

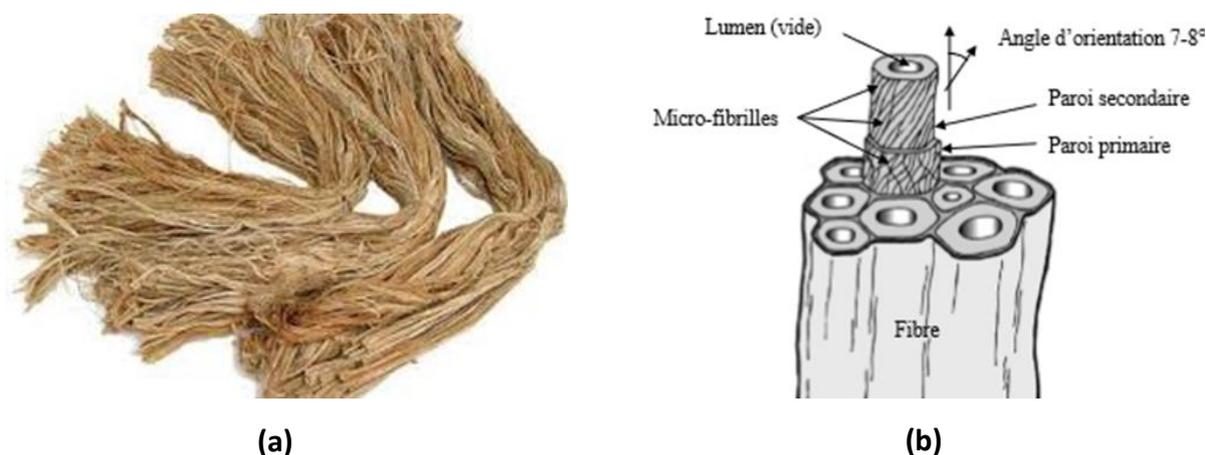


Fig. I.18 (a) fibre de jute après extraction ; **(b)** structure cellulaire de la fibre de jute

Le tableau I.6 représente la composition chimique de jute selon différentes références.

Tableau I.6 Composition chimique de la fibre de jute [PUJ 14]

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Lignine (%)	Cire (%)
51-84	12-24	0,4-0,8	5-14	0,17-0,7

Les fibres naturelles sont souvent utilisées pour renforcer les thermoplastiques et les thermodurcissables en relation de leurs rigidités relativement hautes et leurs basses densités. Les caractéristiques mécaniques de la fibre de jute sont illustrées par le tableau I.7 [PUJ 14].

Tableau I.7 Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de jute

Diamètre (μm)	Densité (g/cm^3)	Contrainte maximale à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
15,9–20,7	1,3	393–773	25,6	1,5–1,8
20	1,45	200–450	20-55	2–3

c) Sisal

Le sisal (*Agave sisalana*) c'est une plante qui pousse avec des feuilles en forme d'épée d'environ $1,5 \pm 2$ [m] de haut. Il est originaire de l'hémisphère occidental, en particulier du Mexique. La durée de vie de la plante de sisal est de 10 ± 7 ans. Elle produit généralement 150 à 350 feuilles. Chaque feuille ayant 4% de fibres, 0,75% de cuticules, 8% de matières sèches et 87,25% d'eau. Cette dernière contient en moyenne 1000 fibres (Fig. I.19) [OUD 08].

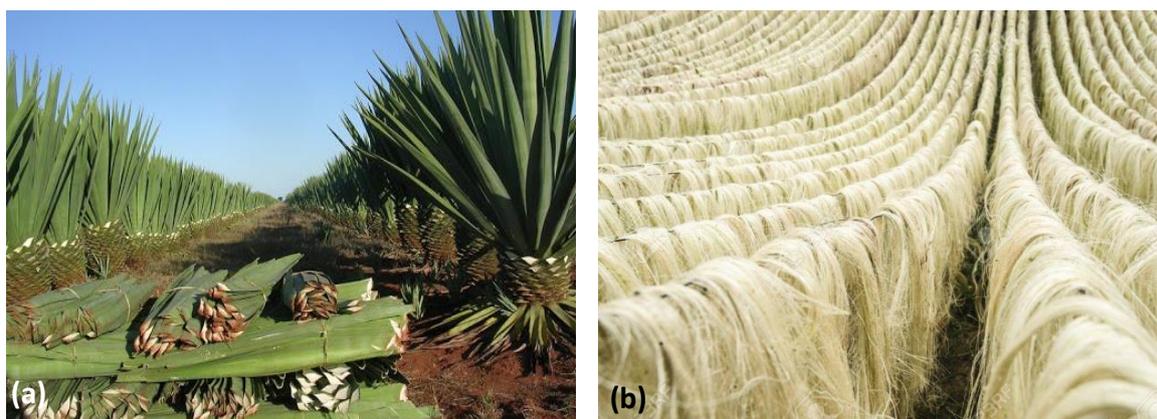


Fig. I.19 (a) plante de sisal ; **(b)** fibre de sisal

La première utilisation de fibre de sisal c'est par les indiens pour fabriquer des cordes, des tapis et des vêtements. À nos jours, Elle représente la moitié de la production totale des fibres textiles. La fibre de sisal est composée de plusieurs cellules arrangées et liées entre elles par des chaînes amorphes d'hémicellulose, de lignine et de pectine. La coupe transversale de la fibre montre que la section de cette dernière a une forme ni circulaire ni de dimension assez uniforme (Fig. I.20).

La composition chimique de fibre de sisal est donnée par le tableau I.8. On remarque que le pourcentage de cellulose est élevé on comparant aux autres fibres ce qui rend cette fibre l'une de plus dure fibre naturelle [JEY 19].

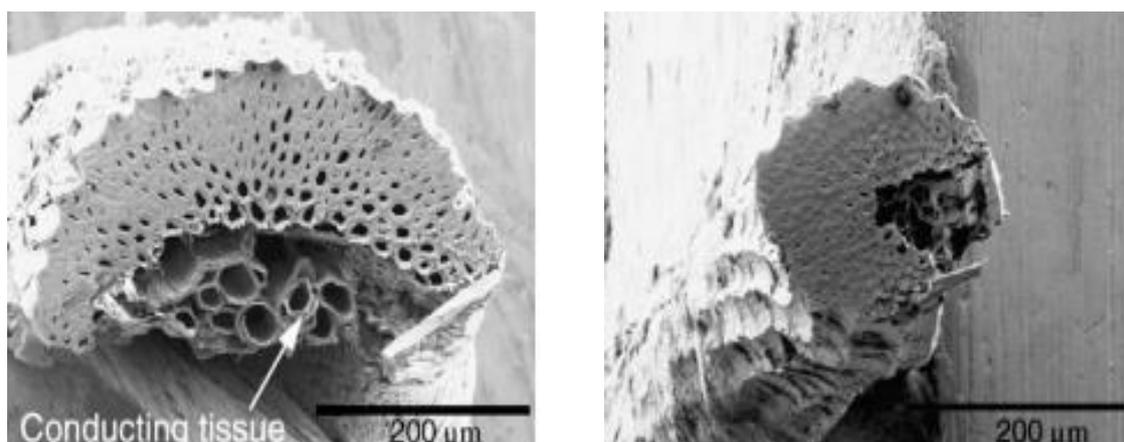


Fig. I.20 Section transversale de la fibre de sisal [JEY 19]

Tableau I.8 Composition chimique de la fibre de sisal

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Lignine (%)	Cire (%)
65,8–78	8–14	0,8–10	10–14	–
70	15	0,2	12	–

Le tableau I.9 représente quelques caractéristiques mécaniques de la fibre de sisal.

Tableau I.9 Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de sisal

Diamètre [μm]	Densité [g/cm ³]	Contrainte maximale à la traction [MPa]	Module de Young [GPa]	Allongement à la rupture (%)
100–300	1,5	511–635	9,4–22,0	2–2,5

I.6 PROCESSUS D'EXTRACTION DES FIBRES VÉGÉTALES

L'extraction des fibres végétales est un procédé classique dont l'objectif est l'élimination des liants comme la lignine et les pectines. Les fibres obtenues sont appelées les fibres ultimes. En vue de la diversité des fibres, le procédé d'extraction se diffère d'un type à l'autre. Ces procédés de séparation des fibres, généralement utilisés de nos jours, sont schématisés dans le diagramme de la figure I.21 [BAL 04].

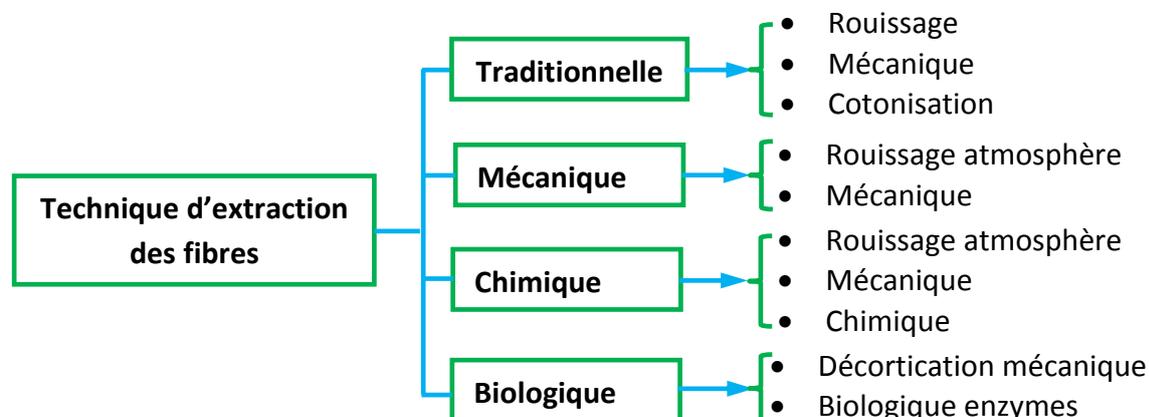


Fig. I.21 Différentes techniques d'extraction des fibres végétales

I.6.1 Rouissage biologique

Le rouissage biologique est une méthode d'extraction traditionnelle. Le principe repose sur l'utilisation des bactéries de l'environnement pour dissoudre les extractibles. Certaines bactéries, telles que *Bacillus* et *Clostridium*, utilisées lors du rouissage à l'eau (noyer la plante dans l'eau, environnement fermé) et certains champignons comme *Pusillus* et *Fusariuslaterium*, sont utilisées lors du rouissage à la rosée. Ces derniers sont révélés très efficaces, pour l'élimination des substances non cellulosiques des plantes et libérer la fibre [MUK 72]. En effet, le rouissage atmosphérique (à température ambiante) fournit une excellente qualité de fibres dont le procédé d'extraction est relativement long.

I.6.2 Rouissage chimique

Des solutions alcalines ou acides doux sont souvent utilisées pour ce type de rouissage. L'introduction des enzymes accélère le processus de libération de la fibre. L'alcali le plus utilisé est la soude (NaOH). Les acides doux, comme l'acide sulfurique et l'acide oxalique, en combinaison avec un détergent sont aussi utilisés pour l'extraction des fibres. On note que la proportion des constituants de la solution de traitement détermine la qualité des fibres extraites. A titre d'exemple, le procédé Kraft (Kraft pulping ou sulfate process) est utilisé pour délignifier de la matière cellulosique comme le bois. C'est une cuisson chimique de 2 heures dans une solution aqueuse (NaOH) et de sulfure de sodium (Na₂S) à la température de 170 [°C] à 175 [°C] [CHA 04]. Les anions d'hydroxyde (OH⁻) et sulfuryl (SH⁻) dégradent la lignine, l'hémicellulose et les pectines par dissolution.

I.6.3 Rouissage mécanique

Nombreuses techniques d'extraction mécanique sont utilisées de nos jours, parmi lesquelles : les machines à décortiquer, le process Tilby, le vapocraquage et l'extraction à l'ammoniaque. La méthode Tilby [COL 98], est très efficace notamment dans l'extraction des fibres de canne à sucre (des plantes à tige), de maïs, et d'autres plantes dont la tige est pleine de fibres cellulosiques, car elle permet de réaliser une extraction sans endommager les fibres [COL 98]. Une autre étude a montré que ; les fibres extraites à partir de la paille de blé et de la canne à sucre, par la méthode Tilby, donnent une meilleure qualité de fibre pour être utilisées dans le domaine textile et dans la fabrication des biocomposites [NTE 07].

I.7 TRAITEMENT DE SURFACES DES FIBRES

Afin d'assurer une bonne compatibilité des fibres végétales avec la matrice, Il existe de nombreuses techniques. Ces dernières permettent la mise en place de liaisons chimiques au niveau de l'interface. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques. Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de liaisons qui n'existaient pas auparavant.

I.7.1 Méthodes physiques

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurels et surfaciques de la fibre cellulosique. Dans ce qui suit, on cite quelques techniques très répandues, pour le traitement physique des fibres végétales [MIC 03].

a) Agents dispersifs

Les cires, et les paraffines sont largement utilisées dans les composites à base de bois. D'autres additifs, comme les élastomères et les plastifiants sont aussi utilisés. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques, qui entraînent des modifications de surface, permettant d'améliorer d'une manière directe et indirecte la fabrication du composite. Ces modifications contribuent à faciliter le procédé de fabrication (changements des paramètres du procédé : baisse de la température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques lors du processus) [MIC 03].

b) Traitements par décharges électriques (corona, plasmas froids)

La modification des fibres cellulosiques par ce type de traitement a connu plusieurs succès dans le cadre d'études sur les composites. Le traitement Corona, où effet couronne, est une technique d'activation de surface par oxydation. Cela se traduit par une augmentation de la concentration des groupements aldéhyde lors de l'activation de la surface des fibres. On obtient sensiblement le même type d'action avec les plasmas à basse température. Ce traitement modifie la surface des fibres sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. De plus, cette technique ne nécessite pas l'usage de solvant et les temps de traitement sont courts. La variété de modifications possibles avec les plasmas provient du choix du gaz impliqué dans le traitement. L'oxygène entraîne la formation de groupes plutôt acides (accepteurs d'électrons), alors que l'azote ou l'ammoniaque entraîne la formation de groupes plutôt basiques (donneurs d'électrons). Ce type de solution par décharge électrique nécessite toutefois une technique assez complexe [GOU 06].

c) Mercerisation

Bien que cela ne soit pas vraiment une technique 'physique', c'est une ancienne technique de modification chimique couramment pratiquée par l'industrie textile du coton. Il s'agit d'un traitement alcalin en température qui tend à être adapté aux fibres naturelles. Certaines caractéristiques mécaniques et d'absorption sont améliorées par la mercerisation. L'estérification de la cellulose par substitution des groupes hydroxyles a été citée par de nombreux chercheurs [MIC 03].

1.7.2 Méthodes chimiques

La modification de la surface, par les méthodes chimiques, a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux, par l'introduction d'un troisième ayant des propriétés intermédiaires.

Cependant, les fibres de cellulose sont hydrophiles et donc incompatibles avec les polymères qui sont hydrophobes. Or, la qualité de l'interface fibre-matrice est importante pour l'utilisation des fibres naturelles comme renfort fibreux pour les polymères. Il est donc très souvent nécessaire, de modifier la surface des fibres, pour optimiser cette interface. Les différentes méthodes de modification sont :

a) Traitement à la soude (NaOH)

C'est l'un des traitements chimiques les plus employés aux fibres naturelles. Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, supprime la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose ce qui est favorable à l'utilisation ultérieure des fibres comme renfort pour les matériaux polymères.

Par définition, ce procédé consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important ; ce qui résulte des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques.

Il est à noter que le traitement alcalin a deux effets sur la fibre :

- augmente la rugosité de surface ;
- augmente la quantité de cellulose exposée sur la surface de la fibre, par conséquent, traitement alcalin à un effet durable sur le comportement mécanique des fibres.

b) Traitement de silane

Le silane SiH_4 est employé comme agent d'accouplement. Il peut réduire le nombre des groupes hydroxyles de la cellulose dans l'interface fibre/matrice. En présence de

l'humidité, le groupe alkyl hydrolysable mène à la formation du silanol. Ce dernier réagit avec le groupe hydroxyle de la fibre, en formant des liens covalents stables à la paroi cellulaire. Par conséquent, les chaînes d'hydrocarbure dues à l'application de silane retiennent le gonflement de la fibre en créant un réseau réticulé dû à la liaison covalente entre la matrice et la fibre [TON 09].

I.8 AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES FIBRES VEGETALES

Les fibres végétales telles que le lin, le chanvre, la banane, le sisal, le jute et le palmier ont certains avantages technico-économiques et écologiques par rapport aux fibres synthétiques (fibres de verre, de carbone, ...). Autrement dit, ces fibres constituent une alternative aux fibres synthétiques en raison de leur recyclabilité. Néanmoins leurs propriétés doivent être encore améliorées. Les avantages et les inconvénients sont regroupés dans le tableau I.10 [TON 06].

Tableau I.10 Avantages et inconvénients des fibres végétales

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ✓ faible coût ; ✓ biodégradabilité ; ✓ neutre pour l'émission de CO₂ ; ✓ pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres ; ✓ ressource renouvelable ; ✓ demande peu d'énergie pour être produite ; ✓ biodégradabilité. 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ absorption d'eau ; ✓ faible stabilité dimensionnelle ; ✓ mauvaise tenue en vieillissement ; ✓ faible tenue thermique (200 à 230 °C max) ; ✓ variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de météo, ... ; ✓ pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock.

I.9 COMPARAISON ENTRE LES FIBRES NATURELLES ET LES FIBRES DE VERRE

Le tableau I.11 présente une comparaison entre les fibres naturelles et les fibres de verre [BEL 13].

Tableau I.11 Comparaison entre les fibres naturelles et la fibre de verre

Propriétés	Fibres naturelles	Fibres de verre
Densité	Faible	Deux fois plus de fibres naturelles
Coût	Faible	Faible, mais plus élevé que les FN
Renouvellement	Oui	Non
Recyclabilité	Oui	Non
Usure par abrasion	Non	Oui
Disposition	Biodégradable	Non biodégradable
Limite de traction	Faible	Élevée
Module d'Young	Faible	Élevé

I.10 DOMAINE D'APPLICATION

La combinaison intéressante des propriétés mécaniques et physiques des fibres végétales, ainsi que leur caractère respectueux de l'environnement ont suscité un intérêt dans un certain nombre de secteurs industriels, notamment l'industrie automobile. L'utilisation des fibres naturelles avec des bio composites dans les différents secteurs est donnée par la figure I.22.

L'optimisation des propriétés des composites renforts naturels et la recherche de nouvelles applications intéressent ; non seulement le monde scientifique mais aussi le monde industriel. Les investissements engagés dans cette vision sont supportés, essentiellement, par plusieurs constructeurs automobiles. Ces derniers trouvent dans ces matériaux de grands intérêts, à la fois économiques et écologiques (développement durable) et pour une partie un aspect marketing. Comparées aux pièces composites, en fibres de verre et aux polymères non renforcés, les pièces en fibres naturelles dans les automobiles possèdent de meilleures propriétés, tout en étant plus légères. La figure I.23 et le tableau I.12 donnent quelques exemples de pièces automobiles fabriquées à base des fibres végétales [SAX 11].

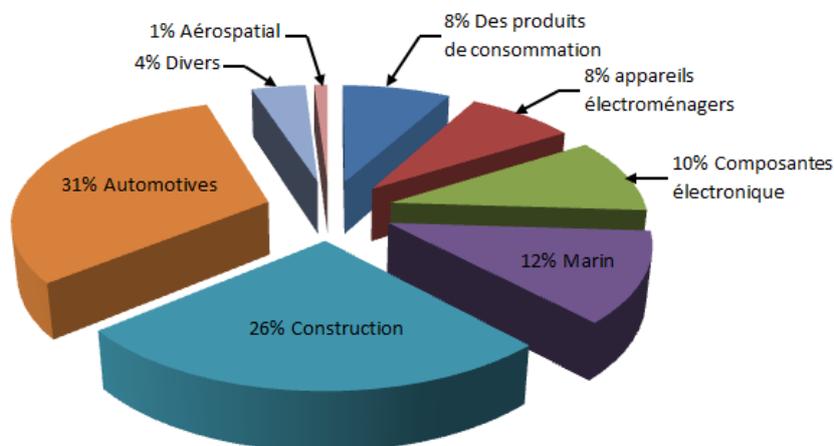


Fig. I.22 Utilisation des fibres naturelles avec des bio composites [MOH 05]

Tableau I.12 Exemples des pièces en composite à renfort végétal utilisées par certains constructeurs automobiles

Constructeur auto/modèle	Pièces	Fibre végétale utilisée
Brazilian trucks	Garniture, coussins de sièges	Jute et coco
Mercedes Benz	Panneaux intérieurs de portes	Sisal et lin
	Panneaux de lunettes arrière	Sisal et coton
	Panneaux intérieurs de portes	Chanvre
Chevrolet Impala	Garniture de panneaux	Lin
General Motors (Opel)	Panneaux intérieurs des portes	Chanvre, kénaf et lin



Fig. I.23 Applications des composites en fibres naturelles

I.11 ÉTAT DE L'ART SUR LES BIO COMPOSITES

Les composites renforcés, par les fibres naturelles, ont attirés l'attention de plusieurs chercheurs dès le 20^{ème} siècle. Des vastes études, ont été consacrées, afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques de ces composites, en jouant sur plusieurs facteurs, tels que la fraction volumique des renforts, les différents traitements chimiques appliqués sur les fibres, la durée de traitement, ainsi que l'effet d'hybridation par deux ou plusieurs types de fibre sur le comportement mécanique. Dans ce point, on présente l'essentiel de quelques travaux de recherche évaluant l'influence des paramètres d'entrée sur le comportement mécanique d'un bio composite, effectués durant cette dernière décennie.

I.11.1 Traitement chimique

Le but des travaux effectués par Martha et autres [MAR 20] présente une étude expérimentale sur l'effet de différents traitements chimiques (traitement par NaOH, par plasma froid et par ozone) sur les caractéristiques physico-mécaniques des bio composites renforcées par les fibres de bambou. L'étude de propriétés physiques inclue la densité de l'absorption d'eau et le pourcentage de gonflement. Des essais de compression et de flexion à trois points, ont été réalisés pour déterminer les propriétés mécaniques de bio composite, tels que la contrainte maximale à la compression, le module d'élasticité, la contrainte à la rupture en flexion, le module de Young en flexion, etc. Les résultats des tests montrent que, le traitement chimique, conduit à une augmentation de la densité de taux d'absorption et de pourcentage de gonflement, spécialement le traitement par NaOH (Fig. I.24). Cela est expliqué par l'élimination partielle des chaînes amorphes, qui possèdent un faible poids moléculaire comme les chaînes d'hémicellulose, la pectine et la lignine. Ils ont aussi constaté que, le traitement par mercerisation procède un effet très significatif par rapport aux deux

autres traitements (par plasma et par ozone). Cette dernière a été confirmée par les images de MEB qui montrent que le traitement par NaOH enlève toutes les impuretés sur la surface des fibres ont comparé aux deux autres procédés (Fig. I.25).

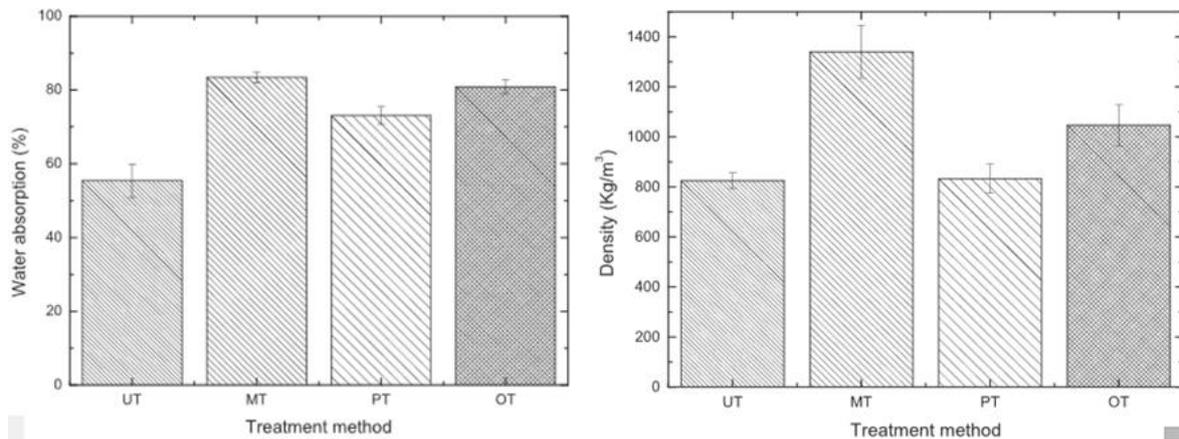


Fig. I.24 Effet de traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau et la densité des fibres

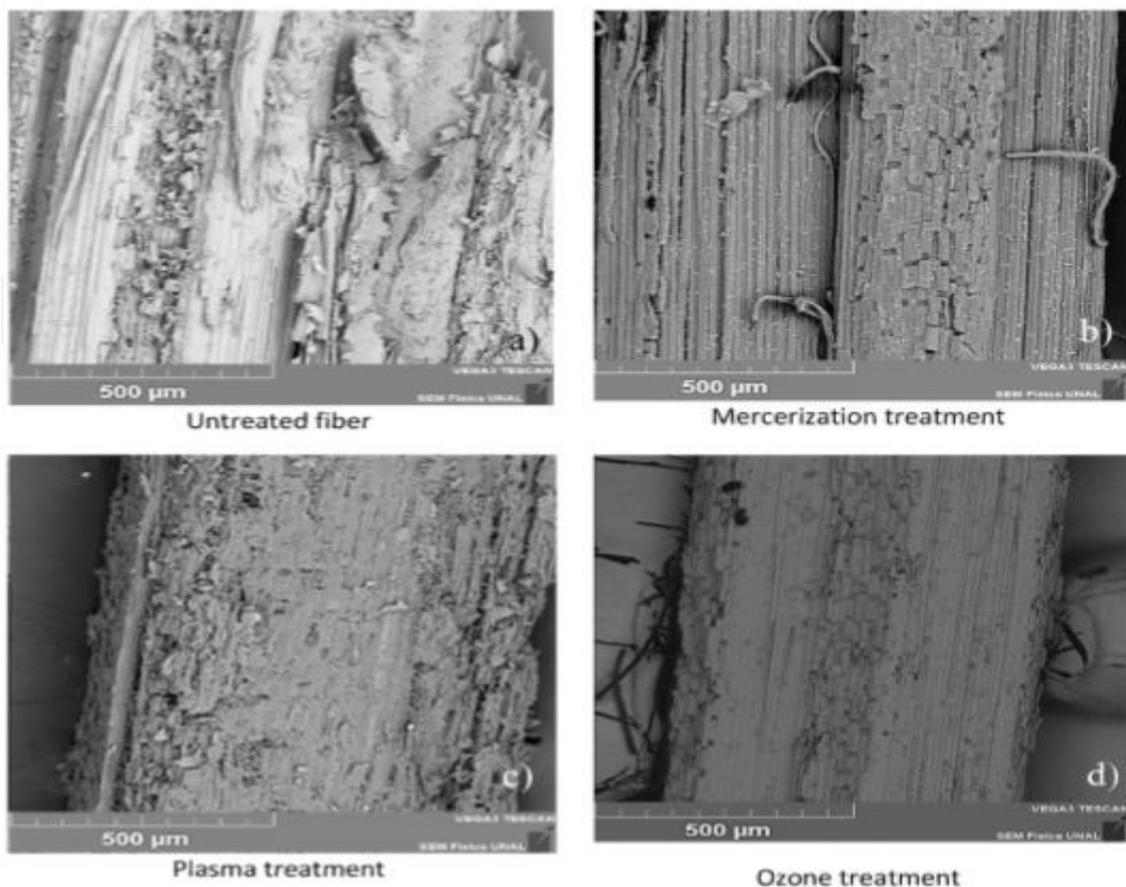


Fig. I.25 Images de MEB des fibres de bambou (a) non traitées ; (b) traitées par NaOH ; (c) traitées par plasma ; (d) traitées par ozone

Pour les caractéristiques mécaniques, on a remarqué une augmentation significative de ces dernières comparées au composite à fibre non traitée, précisément, pour le

traitement par plasma pour les caractéristiques en flexion (une augmentation de plus de 50%) et par O₃ pour les propriétés de compression (Tableaux I.13 et I.14).

Tableau I.13 Caractéristiques mécaniques des bio composites renforcés en flexion

Panel	MOR (MPa)	MOE (MPa)	S _{pl} (MPa)	W _{ml} (Nmm/mm ³)
UT panels	43,87±9,91	3774±679	24,01±3,84	0,06±0,02
MT panels	56,76±5,28	5796±927	27,04±4,87	0,08±0,02
PT panels	70,94±8,35	9166±125	46,83±0,93	0,06±0,01
OT panels	62,04±9,22	5675±795	35,29±3,53	0,06±0,01

Tableau I.14 Caractéristiques mécaniques des bio composites en compression

Panel	Rc (MPa)	E (MPa)	S _{pl} (MPa)
UT panels	21,39±4,06	2273±340	16,86±3,37
MT panels	28,50±2,85	2988±329	23,72±4,74
PT panels	24,82±2,48	2554±256	22,52±2,93
OT panels	32,20±1,50	3493±105	25,43±2,03

Dans le travail d'Arun Premnath [ARU 19], des composites renforcés par de mâts de fibres de sisal et jute ont été étudiés. Des tests de traction, flexion, impact et dureté ont été réalisés sur des échantillons non traités et traités par NaOH. Les résultats obtenus montrent que le traitement par NaOH a augmenté les propriétés en traction, flexion, impact et dureté par 20%, 25%, 27,27% et 5% respectivement comparés avec des composites ayant la même fraction volumique mais avec des fibres non traitées. Ces remarques ont été confirmées par les images obtenues par MEB (Fig. I.26). Ces dernières montrent une augmentation de la rugosité des fibres. Des résultats similaires ont été enregistrés par Fiore et autres [FIO 16].

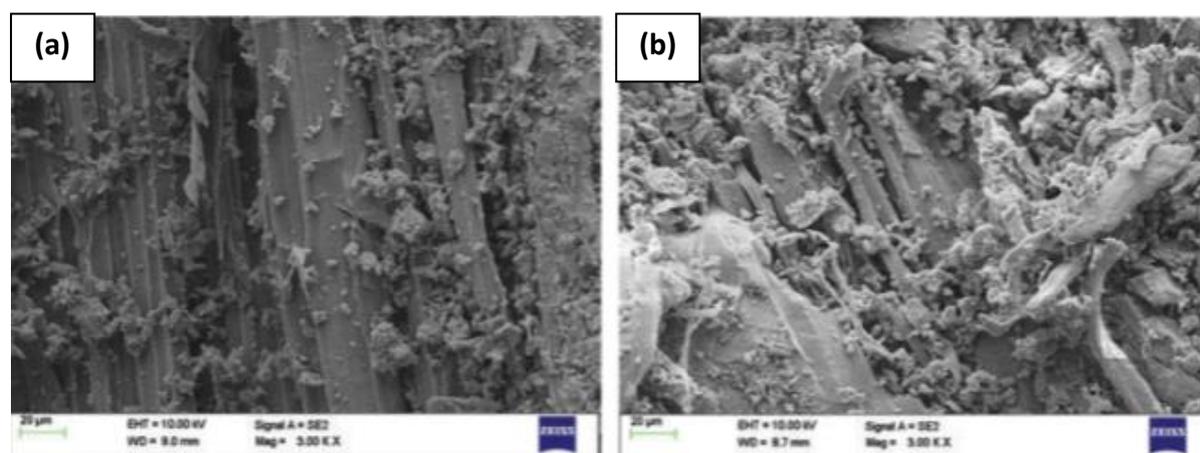


Fig. I.26 Images obtenues par MEB (a) des fibres non traitées et (b) des fibres traitées

Bedjaoui et autres [BED 19] ont déterminé les propriétés mécaniques en traction, des fibres de lin, avant et après traitement chimique par bicarbonate de sodium (NaHCO₃). Ce dernier a été appliqué pendant 80 heures avec des concentrations de 0, 4 et 8 %. Les

résultats obtenus montrent que les meilleures améliorations ont été enregistrées pour le traitement à 8 % de concentration (Fig. I.27). Une augmentation de la contrainte maximale à la rupture et du module de Young a été enregistrée avec 40 % et 82 % comparativement aux fibres non traitées. Des résultats similaires ont été confirmés par Fiore et autres [FIO 17].

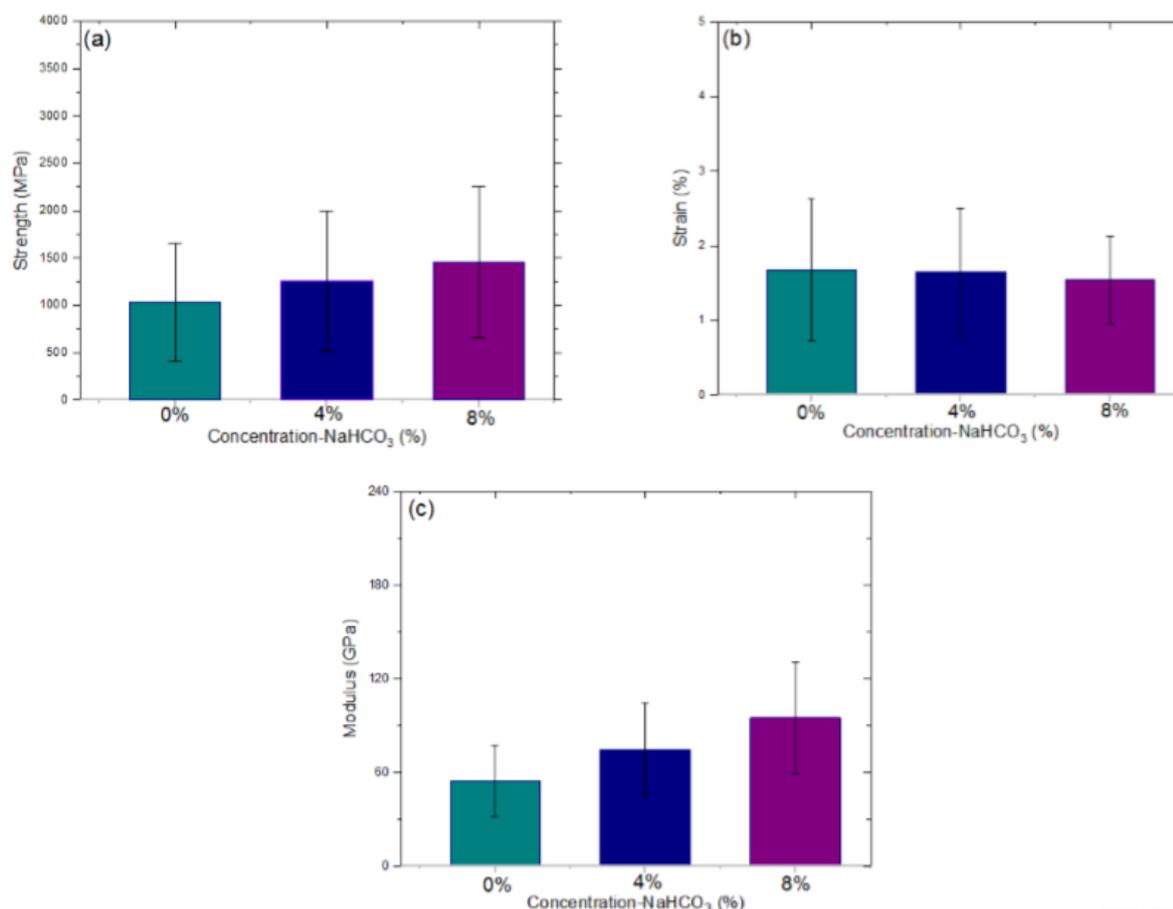


Fig. I.27 Contrainte maximale à la traction **(a)** allongement ; **(b)** et module de Young ; **(c)** de fibre de lin non traité et traité à 4 et 8 %

Qadeer Dayo et autres [DAY 18] ont réalisé trois types de traitement chimique (cyclohexane/éthanol, NaOH et silane) sur des fibres de chanvre pour réaliser des bio composites. Les fibres sont initialement traitées par le cyclohexane/éthanol puis, soit par le NaOH ou bien par silane. D'après les tests de FTIR, le traitement par l'éthanol a éliminé toute la pectine et les cires sur la surface des fibres. Aussi, le traitement par NaOH supprime une bonne quantité de lignine et l'hémicellulose. Par contre, le traitement par le silane augmente le nombre de liaisons – OH. Cette dernière conduit à une bonne adhérence entre la fibre et la matrice (Fig. I.28). Ceci mène à l'amélioration des performances thermiques et mécaniques (traction, flexion et impact).

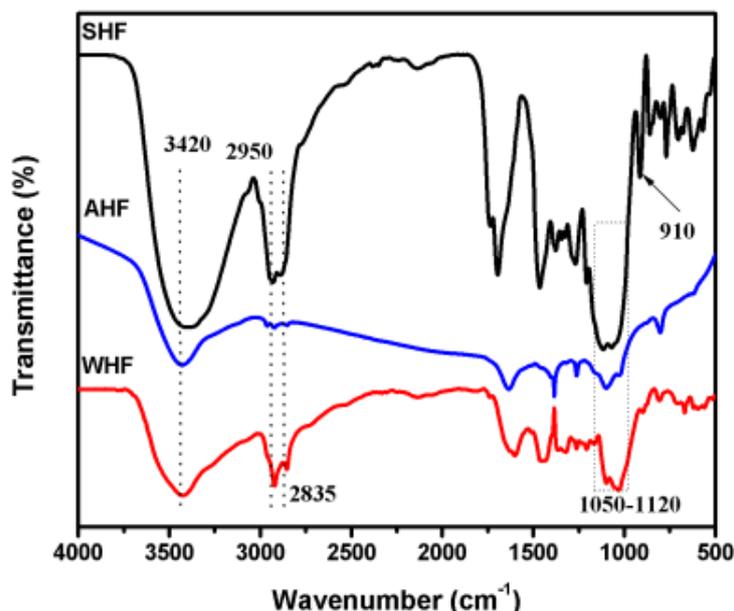


Fig. I.28 Test de FTIR des fibres de chanvre traité par éthanol (WHF), NaOH (AHF) et silane (SHF)

Jyun-Kai Huang et autres [JYU 18] présentent les résultats d’une étude expérimentale de fibre de bambou et des composites à matrice époxyde renforcés par les mêmes fibres (42% de fraction volumique).

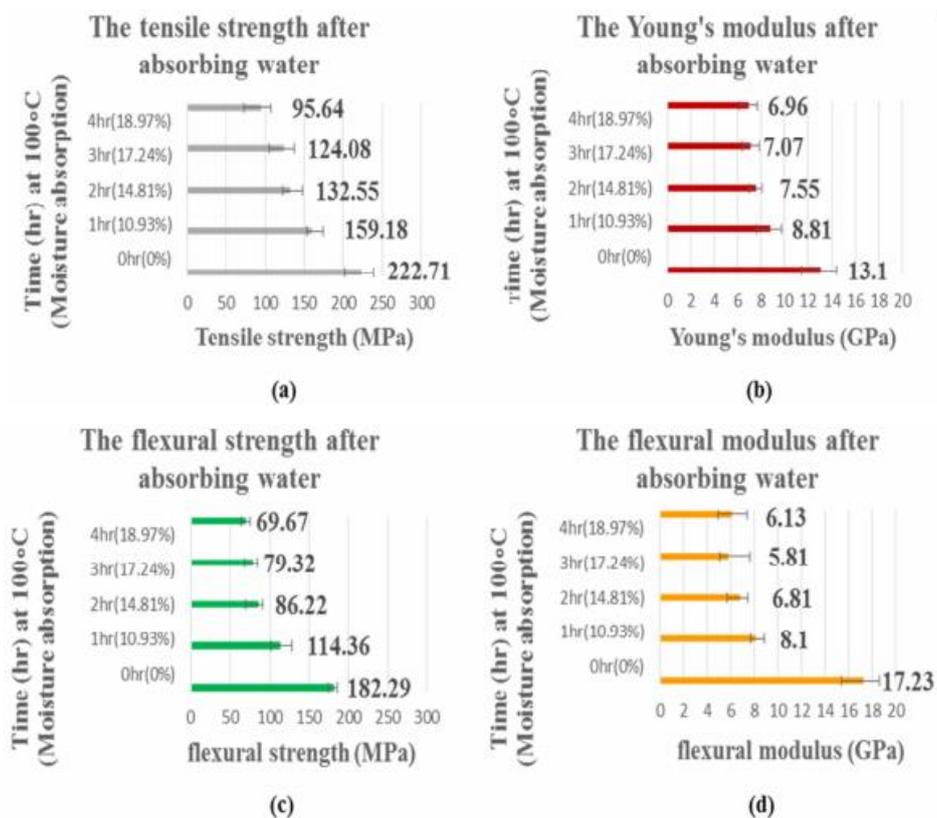


Fig. I.29 Changement des propriétés mécaniques des composites renforcés par les fibres bambou (a) contrainte à la traction, (b) module de Young, (c) contrainte à la flexion, (d) module de flexion

Cette étude avait pour objectif de caractériser la fibre de bambou, ainsi que les composites renforcés par ces fibres. Les résultats montrent que le traitement par NaOH diminue les caractéristiques en traction de la fibre. Contrairement au composite, ce dernier augmente ces caractéristiques cela est dû à l'amélioration de l'adhérence entre la fibre et la matrice. De plus, la densité augmente après le traitement de la fibre à cause de sa cristallisation. D'autre part, le taux d'absorption d'eau, en amerrissant les éprouvettes à l'eau chaude (100 °C) pendant 1, 2, 3 et 4 h, augmente en prolongeant le temps d'immersion. Ce dernier, conduit à une diminution des caractéristiques mécaniques (Fig. I.29). Les mêmes constatations ont été confirmées par B. Madhusudhan Reddy et autres [MAD 18].

I.11.2 Variation de la fraction volumique

Prasad et autres [PRA 19] ont mené une étude sur la caractérisation mécanique d'un composite polymère à résine polyester renforcée par des bio-fibres de jute et de banane en variant la fraction volumique de ces derniers (5 ; 10 ; 15 ; 20 et 25) %. Les résultats obtenus montrent que l'augmentation du taux de renforcement conduit à une augmentation des caractéristiques mécaniques en traction et flexion. Les résultats optimaux en traction et flexion ont été enregistrés pour une fraction de 25 et 20 % respectivement pour les deux types de fibre. La comparaison des résultats, des deux types de renforcement, a montré que les composites de jute sont plus performants.

Janaina da. S Vieira et autres [VIE 18] ont récemment étudiés la résistance au choc, par essai de Charpy et d'Izod, des composites renforcés par un tissu hybride (70% de Malva/30% de jute). Les mesures d'énergie absorbée pour les deux essais montrent que l'incorporation des fibres engendre une augmentation de la rigidité du composite (Fig. I.30).

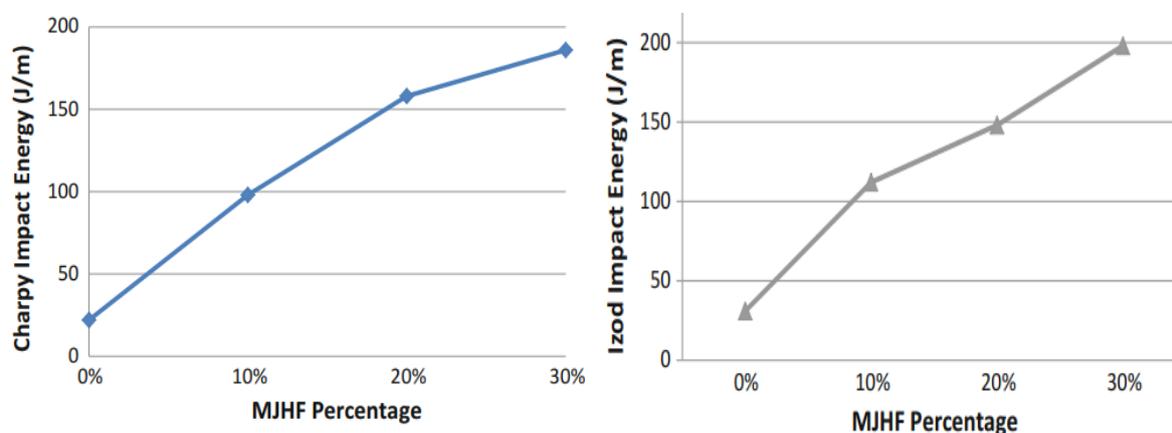


Fig. I.30 Résultats des essais de Charpy et d'Izod

Une étude récente effectuée par Mechakra et autres [MEC 15] sur la fabrication des bio composites à matrice thermoplastiques (polypropylène), en utilisant les fibres courtes d'alfa. Ces dernières sont extraites par une nouvelle méthode d'extraction, afin d'obtenir des fibres de petit diamètre. Les bio composites sont fabriqués jusqu'à une fraction volumique de 0,3. L'évolution des caractéristiques en traction sont présentées (Fig. I.31).

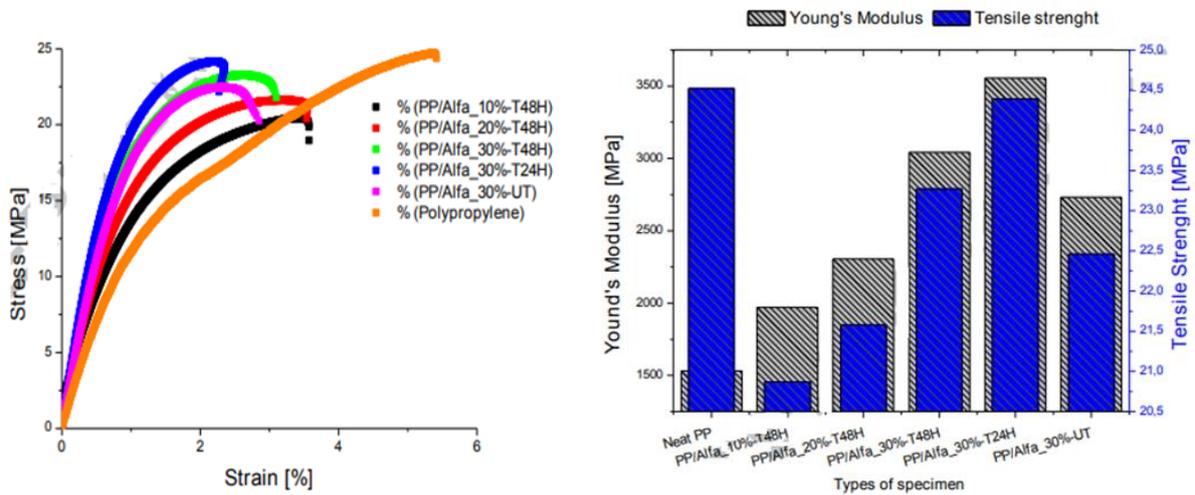


Fig. I.31 Résultats des essais de traction des différentes fractions volumiques renforcées par des fibres d'alfa

Gupta et autres [GUP 14] exposent les résultats relatifs à une étude expérimentale des composites renforcés par des fibres de sisal en forme unidirectionnelle et en mât, en faisant varier la fraction volumique (15 ; 20 ; 25 et 30) %. Les meilleurs résultats sont obtenus pour un renforcement de 30 % (Figs I.32 et I.33). Aussi, le renforcement par des fibres unidirectionnelles donne des meilleurs résultats comparativement au composite renforcé par mât. Des résultats similaires ont été obtenus par Nasihatgozar [NAS 16].

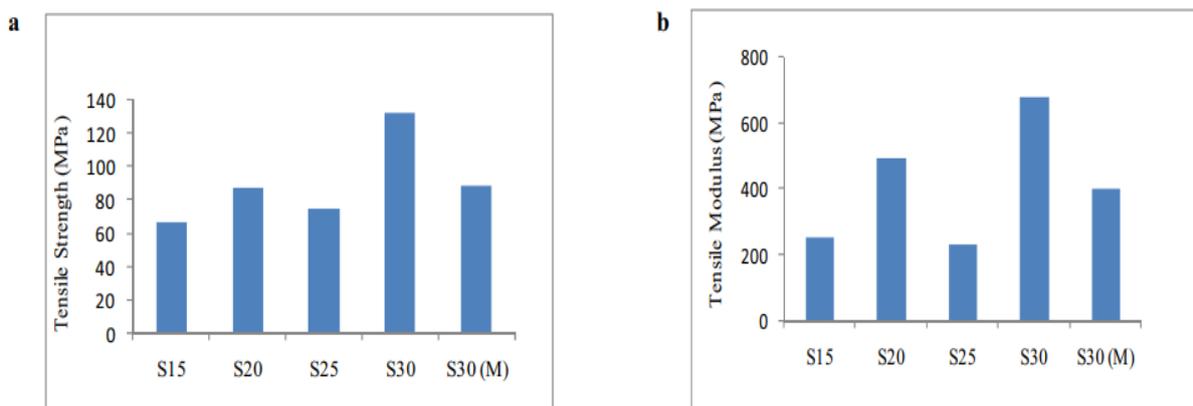


Fig. I.32 (a) contrainte maximale en traction ; **(b)** module de Young en traction des composites renforcés par des fibres de sisal

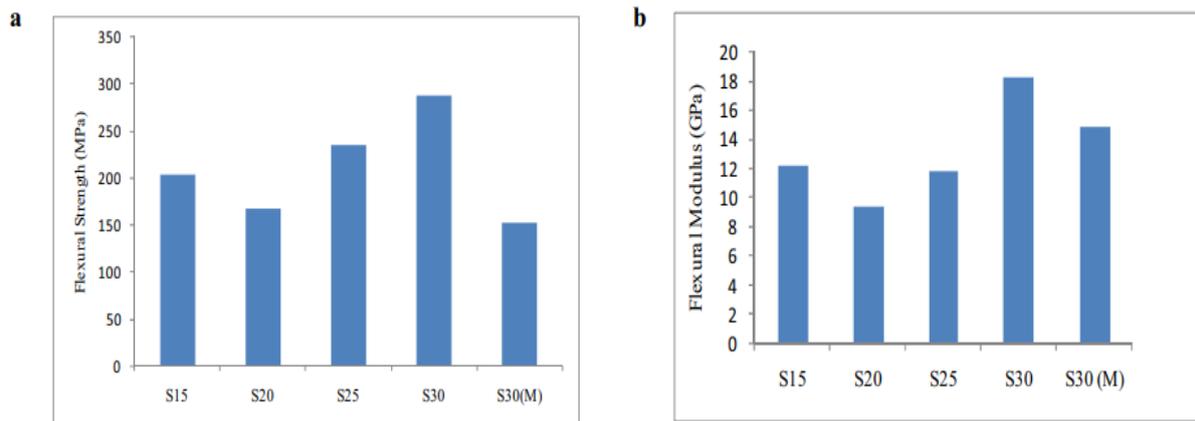


Fig. I.33 (a) contrainte maximale en flexion ; **(b)** module de Young en flexion des composites renforcés par des fibres de sisal

I.11.3 Hybridation par deux ou plusieurs types de fibres

Le but des travaux effectués par Chaudhary [CHA 18] consiste à évaluer l'efficacité d'utilisation des fibres hybrides (jute/chanvre/lin) renforçant une résine époxyde. Les résultats obtenus, pour les différents composites testés (jute/époxyde, lin/époxyde, chanvre/époxyde et jute/lin/chanvre/époxyde) indiquent que le composite hybride (jute/chanvre/lin/époxyde) présente les meilleurs résultats de choc et de traction. Ceci est dû à la bonne compatibilité entre ces fibres et sa matrice. Par contre, le composite (lin/époxyde), engendre des meilleurs résultats, en terme de dureté. Cette dernière, dépend généralement des propriétés physiques, mécaniques et chimiques de la fibre et du niveau d'adhérence entre la fibre et la matrice. Le composite (chanvre/époxyde) et le composite (chanvre/jute/époxyde) présentent une amélioration de 59 % par rapport à celle de la résine pure. Les mêmes résultats ont été constatés par Chen et autres [CHE 18].

Manral et autres [MAN 20] ont étudié le comportement mécanique statique (traction, flexion et impact) et dynamique des bio composites renforcés par les fibres de lin, jute et par une hybridation 50–50 entre lin et jute. Les caractéristiques en flexion, traction et impact du matériau hybride sont meilleures par rapport à celles du composite en fibre de jute et de lin pure. On note une amélioration du module de Young de 28,21 et de 19,64 % lorsqu'on compare le matériau hybride avec les matériaux à fibre de jute et lin pur respectivement (Fig. I.34). Des résultats similaires ont été enregistrés par Prasad et autres [PRA 16].

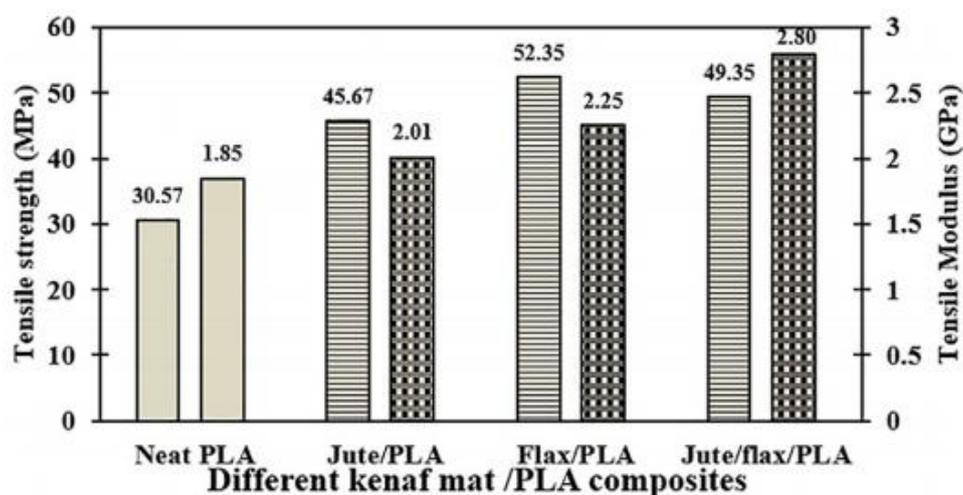


Fig. I.34 Présentation de la contrainte maximale et du module de Young des différents composites

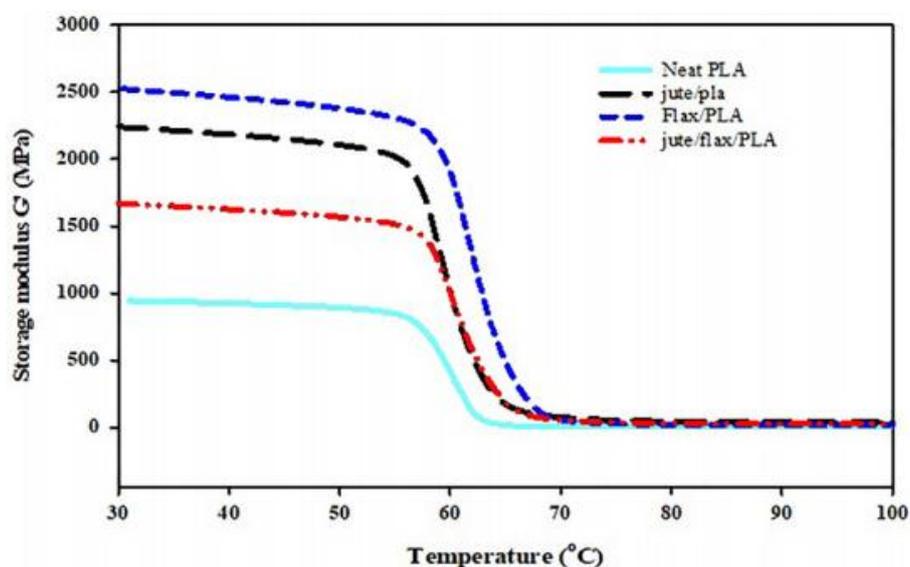


Fig. I.35 Variation du module de stockage en fonction de la température

Par contre, les composites renforcés par fibres de lin purs présentent les meilleurs paramètres dynamiques par rapport aux autres fibres. Cette dernière est validée par les résultats d'analyse ADM (Fig. I.35).

L'étude de Boopalram et autres [BOO 13] examine l'effet de l'ajout des fibres de banane au composite renforcé par des fibres de jute, avec des rapports de poids jute/banane de (100/0; 75/25; 50/50; 25/75 et 0/100) respectivement, sur les caractéristiques mécaniques : la résistance à la traction, la résistance à la flexion et l'impact. Les meilleures caractéristiques ont été enregistrées à l'hybridation 50/50 entre la fibre de jute et de banane. Par contre, le meilleur taux d'absorption est celui de 75% de jute et 25% de fibre de banane.

I.12 CONCLUSION

À travers l'étude bibliographique faite sur les bio-fibres et les bio-composites, les principales conclusions dégagées sont :

- ✓ l'intérêt aux composites à base de polymères renforcés par des fibres naturelles se développe rapidement en raison de leurs grandes performances, les avantages significatifs de leur mise en œuvre, leur biodégradabilité, leur faible coût et leur faible densité relative.
- ✓ l'importance du choix de renfort et de la résine pour l'élaboration d'un matériau composite qui convient avec les exigences mécaniques et thermiques ;
- ✓ l'importance du choix de type, concentration et durée de traitement chimique effectué sur les fibres choisies ;
- ✓ des défis existent, encore dans le développement des techniques de fabrication efficaces à des coûts plus appropriés ; ainsi que des composites ayant des propriétés mécaniques supérieures utilisant comme renfort des fibres naturelles.

Notre contribution s'intéresse, d'une part à l'évaluation des paramètres qui influent sur le comportement mécanique des bio-composites, tels que le type de renforcement (type de fibre), le type et la durée de traitement chimique ainsi que la fraction volumique du renforcement. D'autre part, il est impératif d'optimiser ces derniers, afin d'obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques possibles en traction, flexion et fatigue.

CHAPITRE

II

Chapitre I : GÉNÉRALITÉS & ÉTAT DE L'ART

Chapitre II : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES & CARACTÉRISATIONS

II.1	INTRODUCTION	38
II.2	MATERIAUX	38
II.3	ELABORATION DES PLAQUES BIO-COMPOSITES.....	42
II.4	CARACTERISATION CHIMIQUE DES FIBRES	45
II.5	MACHINE D'ESSAI MECANIQUE	51
II.6	CARACTERISATION MECANIQUE DES FIBRES VEGETALE	52
II.7	CARACTERISATION DES RESINES	55
II.8	ESSAI DE FLEXION 3-POINTS	61
II.9	PLAN D'EXPERIANCE	61
II.10	CONDITIONS EXPERIMENTALES	69
II.11	CONCLUSION	69

Chapitre III : ÉTUDE STATISTIQUE ET MODELISATION

Chapitre IV : ANALYSE DU COMPORTEMENT DE BIO-COMPOSITE

II.1 INTRODUCTION

Le présent chapitre est composé de deux parties : la première partie s'intéresse à la présentation des matériaux utilisés dans cette étude telle que : les résines (polyester et époxyde), les fibres (sisal, jute et lin), ainsi que la caractérisation mécanique en traction simple et en flexion trois points et physico-chimique de ces derniers. Suivi par la présentation des différents matériels utilisés : la machine des essais statique, les éprouvettes et les instruments physico-chimiques (DRX et ATG). La deuxième partie consiste à présenter la démarche d'élaboration des bio-composites et la démarche des traitements effectués, ainsi que la méthode de planification des essais «Méthodologie des Surfaces de Réponses MSR» et les conditions retenues pour la réalisation de notre travail. Toutes les opérations de traction et flexion faites sur les fibres unitaires et les éprouvettes ont été effectuées au hall de technologie du département du Génie Mécanique de l'École Nationale Polytechnique de Constantine.

II.2 MATERIAUX

II.2.1 Fibres

Les fibres utilisées dans le présent travail sont des fibres de sisal (*Agave Sisalana*), jute (*cotchorus capsularis* of *Tiliaceae*) et fibre de lin (*linum usitatissimum*), elle se trouve en Algérie sous forme des fibres prétraitées prêtes (commerciale, usine de fabrication des cordes à Bejaïa) à être utilisé. La figure II.1 présente les différentes fibres utilisées dans cette étude.



Fig. II.1 Fibres utilisées : (a) sisal, (b) jute et (c) lin

II.2.2 Mesure des diamètres des fibres

Les différents diamètres des fibres (sisal, jute et lin) ont été mesurés en utilisant un microscope optique binoculaire type OXION modèle OX3245, équipé d'une caméra assistée

par ordinateur (Fig. II.2). Compte tenu de la variabilité des dimensions des fibres, trois mesures ont été prises afin de calculer le diamètre moyen des fibres, tout en supposant que la fibre a une forme quasi-cylindrique. Les diamètres des fibres de sisal, jute et lin prises pour cette étude sont de 240 ± 40 [μm], 880 ± 80 [μm] et 17 ± 10 [μm] respectivement (Fig. II.3).

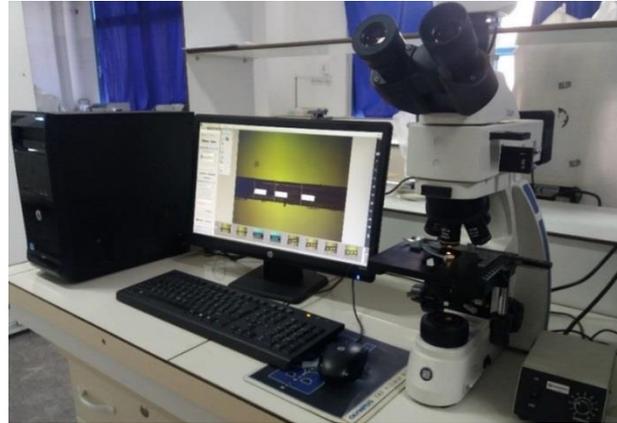


Fig. II.2 Microscope OX3245

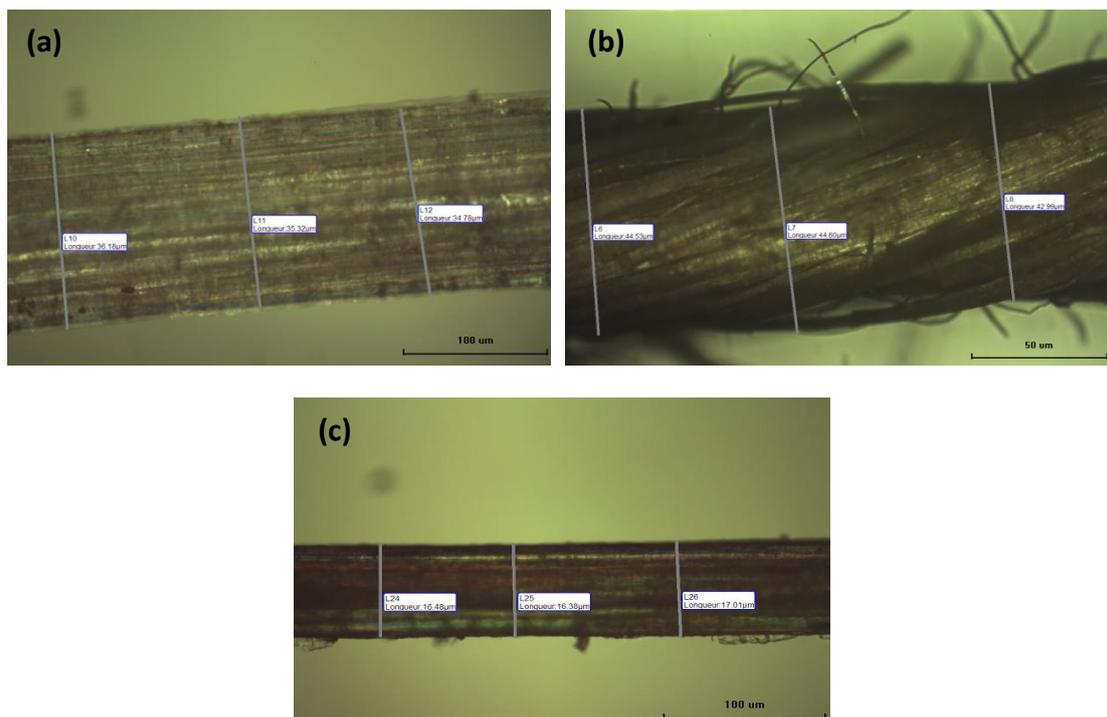


Fig. II.3 Images de microscope optique de fibre : (a) sisal, (b) jute et (c) lin

II.2.3 Traitement de surface

La liaison entre fibre/matrice dépend généralement de l'arrangement des atomes et des molécules et aussi de la composition physico-chimique de la fibre et de la matrice. Néanmoins, les propriétés morphologiques de chaque matériau sont à prendre en compte

dans la compréhension des phénomènes inter-faciaux. Plusieurs facteurs peuvent influencer l'interface et le transfert de charge entre fibre/matrice [BOU 11].

Afin d'améliorer l'adhérence entre la fibre et la matrice, la fibre doit être traitée par des procédés chimiques ou bien physiques.

Dans notre étude, on utilise pour traiter les fibres la méthode de traitement chimique par deux types : la soude (NaOH) et le bicarbonate (NaHCO₃) pendant des différentes durées, les étapes de la méthode sont présentées dans ce qui suit (Fig. II.4):

- les fibres ont été découpées a une longueur de 30±2 cm, puis rincées à l'eau fraiche pour enlever les poussières sur la surface de ces derniers et séchées à température ambiante;
- les fibres sont pesées avec une balance électronique avec une précision de 0,01 g et regroupées sous forme de lots linéaires ;
- fibres non traitées immergées dans deux types de solution :
- ✓ pour le traitement par NaOH, les fibres de sisal, jute et lin sont immergées dans une solution à 7, 9 et 1 % en poids respectivement pendant 4, 12 et 24 heures ;
- ✓ pour le traitement par bicarbonate (NaHCO₃), les fibres de sisal, jute et lin sont traitées à une solution de concentration 25 %, 25 % et 10 % en poids respectivement pendant les mêmes durées ;
- ✓ ensuite, les fibres ont été lavées plusieurs fois avec de l'eau fraîche pour éliminer toute les traces de NaOH et de bicarbonate collées à la surface de la fibre.
- Puis, les fibres sont neutralisées par l'acide acétique, le PH a été maintenu à 7;
- enfin les fibres sont séchées à la température ambiante pendant 24 h jusqu'à ce qu'un poids constant soit atteint.



Fig. II.4 Traitement chimique des fibres : **(a)** par NaOH et **(b)** par NaHCO₃

II.2.4 Matrices utilisées

Une résine désigne un produit polymère (naturel, artificiel ou synthétique) qui est une matière de base pour fabriquer les matériaux composites. Elle peut être thermoplastique ou thermodurcissable. Dans notre étude les matrices utilisées, lors d'élaboration de différentes éprouvettes de bio-composites sont des résines polyester et époxyde.

a) Résine Polyester

La résine polyester est un produit de synthèse principalement utilisé dans la fabrication de matériau composite. Elle constitue la matrice, et les renforts peuvent être des matériaux synthétiques sous forme de fibre de : carbone, verre ou kevlar. Ils peuvent être aussi des fibres naturelles (d'origine végétale ou animal) constituant l'armature du matériau.

Une préparation est nécessaire pour utiliser la résine polyester dans la fabrication d'un matériau composite. Les polyesters insaturés sont des résines thermodurcissables liquides qui, avec l'adjonction d'un catalyseur (peroxyde organique) et bien souvent de charges minérales pour diminuer le coût et la masse volumique, vont former les résines polyesters. La proportion du catalyseur varie selon les durées de polymérisation souhaitées, environ 1% à 2% en volume. Pour maintenir les résines à l'état liquide, on utilise du styrène, composé aromatique à odeur forte caractéristique, comme solvant. Les résines polyester sont conservées dans des containers métalliques à l'abri de la lumière et au frais [POL 14].

La résine polyester utilisée dans cette étude est de type POLYESTER RESIN 716.09 avec un volume de catalyseur entre 1 et 2 % (Fig. II.5).



Fig. II.5 Résine polyester utilisées

b) Résine époxyde

Les poly époxydes sont des résines thermodurcissables présentant de bonnes propriétés mécaniques, une bonne tenue en température et un faible retrait. Ils sont

fabriqués par polymérisation de monomère époxyde avec un durcisseur qui peut être à base d'anhydride d'acide, de phénol ou le plus souvent d'amine (Fig. II.6).

La résine époxyde utilisée est de type E3632 non chargée qui contient deux kits A et B. La procédure de préparation de la résine époxyde se déroule comme suit :

- ✓ pré-mélanger les 2 produits séparément (kit A et B) ;
- ✓ mélanger de la résine avec le durcisseur au minimum 1 à 2 min ;
- ✓ produit polymérise, même à température ambiante, mais une température plus élevée donne une meilleure polymérisation et propriétés mécaniques plus élevées ;
- ✓ plus la température de la résine est élevée plus l'imprégnation est facile (mieux le fluxet le mouillage seront atteints).



Fig. II.6 Résine époxyde utilisée

II.3 ÉLABORATION DES PLAQUES DE BIO-COMPOSITES

II.3.1 Calcul de densité des échantillons

Le calcul de la densité des échantillons a été réalisé en utilisant l'équation suivante [SUR 14]:

$$\rho_c = \rho_f V_f + \rho_m V_m = \frac{1}{\frac{w_f}{\rho_f} + \frac{w_m}{\rho_m}} \quad \text{II.1}$$

- avec: ρ_c densité du composite en g/cm^3 ;
 ρ_f densité de renfort en g/cm^3 ;
 V_f teneur en volume de renfort en % ;
 ρ_m densité de la matrice en g/cm^3 ;
 V_m teneur en volume de la matrice en % ;
 w_f teneur en poids de renfort en % ;
 w_m teneur en poids de la matrice en %.

II.3.2 Calcul des teneurs en volumes des renforts

Les teneurs en volumes des renforts sont utilisées dans le chapitre III pour évaluer l'adhésion inter-faciale et le phénomène d'encapsulation à l'aide des modèles semi-empirique. Le calcul de la teneur en volume des fibres s'effectue par l'équation II.2 [SUR 14]:

$$V_f = \frac{\rho_c}{\rho_f} \times w_f \quad \text{II.2}$$

II.3.3 Fabrication des plaquettes de bio-composites

Les principales étapes de la réalisation des plaques unidirectionnelles (sisal ou jute ou lin)/polyester et (sisal ou jute ou lin)/époxyde bio-composites sont : la réalisation d'un pli unidirectionnel de fibres (ayant une longueur de 300 mm couturées avec trois fil de coton (Fig. II.7). La résine polyester est catalysée et durcie dans des proportions comprises entre 0,5 à 1,5 % en masse. Par contre, la résine époxy est préparée par mélange de deux produits (kit A et kit B) successivement de (30 et 70)% en masse. Les épaisseurs des plaques sont contrôlées à l'aide des cales en verre de 5 mm. Les plaques composites ont été fabriquées par la méthode de moulage sous vide, en utilisant la technique dite du « sac ». Cette dernière consiste à utiliser un cadre épais comme un moule pour les plaques et est étalé par une couche de cire afin de faciliter le démoulage de la plaquette. Cette opération est suivie par le dépôt d'une couche de résine (presque la moitié de la capacité du moule). Le dépôt du pli de fibre est couvert par l'étalement de la résine à l'aide un pinceau sur toute la surface. Avant de faire fonctionner la pompe à vide, on ferme le moule par un contre moule percé pour dégager l'excès de la résine et pour faciliter l'aspiration des bulles d'air. L'ensemble est enveloppé par un plastique transparent fin collé sur le support de moule par une bande adhésive (Les étapes de préparation d'une plaquette bio-composite sont illustrées dans la Figure. II.8). La dépression est de l'ordre de 1,5 KPa, pendant une heure, (jusqu'à la polymérisation de la plaque) provoquée par le vide crée par la pompe. Ce dernier permet d'exercer une force de compression sur la plaque, ce qui entraîne une densification de la plaque et un dégazage de l'air. Une fois les plaques réticulées, elles subissent tout un cycle de polymérisation de 24 heures, à température ambiante, avant démoulage. Afin d'avoir une polymérisation totale, les plaques stratifiées (Fig. II.9) sont laissées à l'air libre pendant 5 à

10 jours avant leur découpage en éprouvette. Les plaques bio-composites fabriquées (de dimension 300 x 300 mm) sont découpées en éprouvettes selon les normes ASTM (Fig. II.11).



Fig. II.7 Préparation des plis de fibre de lin couturés (300 × 300) mm



Fig. II.8 Mise en œuvre des plaques en composites par le moulage sous vide

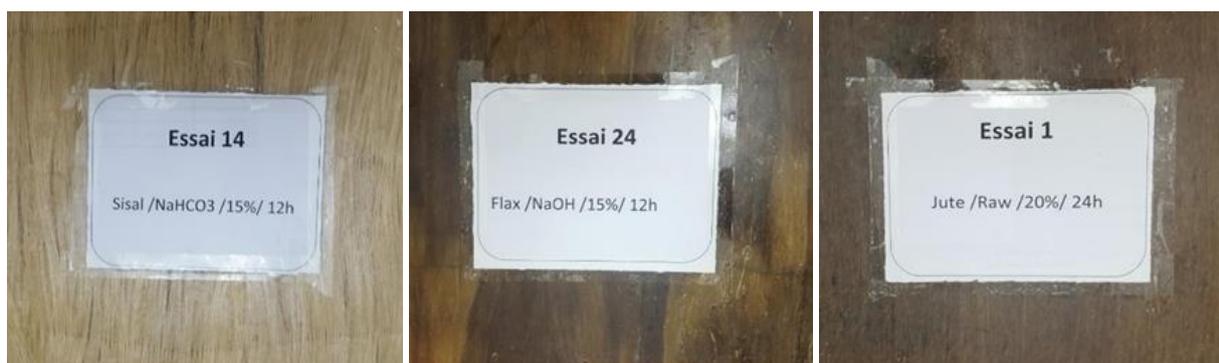


Fig. II.9 Exemples des plaquettes stratifiées de bio-composites fabriquées

Les échantillons sont découpés à partir des plaquettes, selon la norme AFNOR 57-101 [BEL 13], à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamant de diamètre 500 mm, et une vitesse

de rotation de 1400 tr/min (Fig. II.10). Après la découpe on obtient les éprouvettes avec les dimensions suivantes : Les dimensions des échantillons de traction et de flexion sont respectivement 250 x 25 x 5 mm et 150 x 15 x 5 mm (Fig. II.11).



Fig. II.10 Tronçonneuse à disque en diamant utilisée pour la découpe des plaques stratifiées



Fig. II.11 Les éprouvettes de traction et flexion 3 points obtenus selon la norme ASTM D3039

II.4 CARACTERISATION CHIMIQUE DES FIBRES

II.4.1 Visualisation des fibres

La visualisation des fibres, avant et après, chaque traitement a été réalisé à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) model *Quanta 250*, installé au niveau du Laboratoire de Recherche de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie d'Annaba (Fig. II.12).

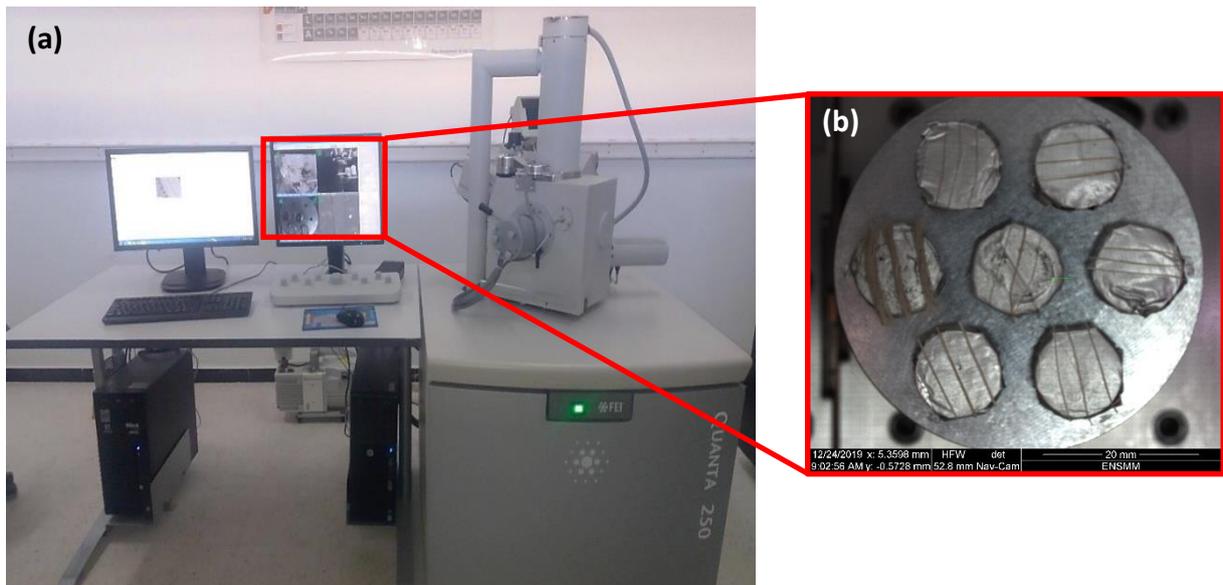


Fig. II.12 Photos du Microscope à balayage électronique model *Quanta 250* **(a)** vue générale et **(b)** porte échantillons

L'observation de la surface des fibres de sisal, jute et lin, avant et après le traitement par NaOH et par bicarbonate (NaHCO_3), montre un changement d'état de surface (Figs II.13, II.14 et II.15). En effet, les fibres deviennent plus rugueuses, à cause du nettoyage de la surface par élimination des impuretés, des poussières, des cires, etc. Cet aspect est favorable car il assure une bonne adhérence entre ces fibres et les matrices. Ces constatations ont été mentionnées par les auteurs [ASH 09] et [SAR 18].

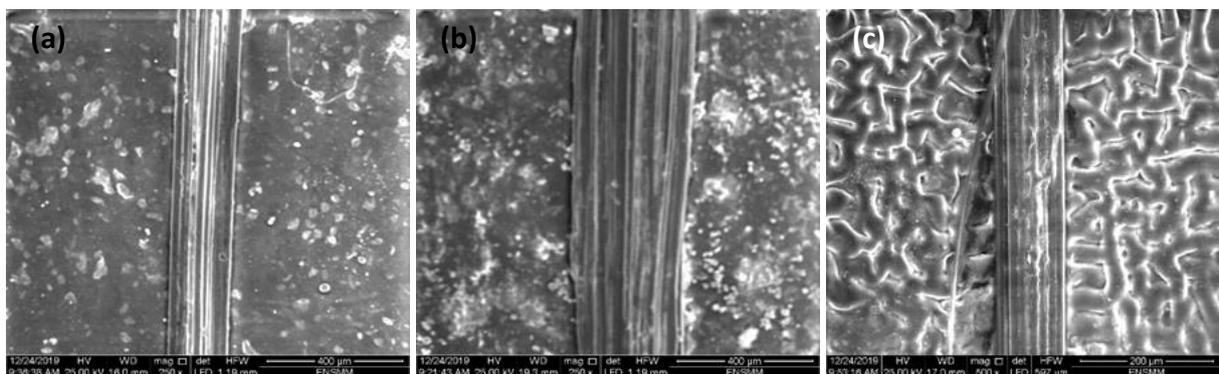


Fig. II.13 Micrographies obtenues par MEB de la section longitudinale de la fibre de lin : **(a)** non traité, **(b)** traité par NaHCO_3 et **(c)** traité par NaOH

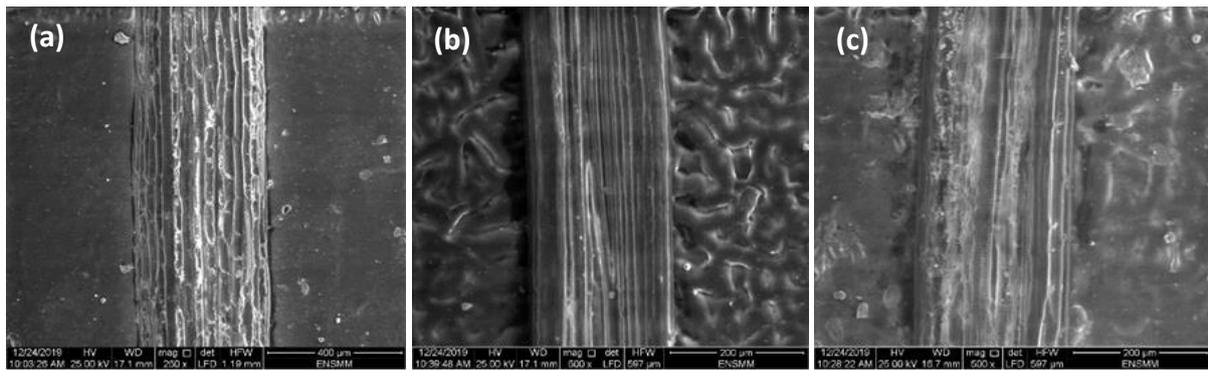


Fig. II.14 Micrographies obtenues par MEB de la section longitudinale de la fibre de sisal : **(a)** non traité, **(b)** traité par NaHCO_3 et **(c)** traité par NaOH

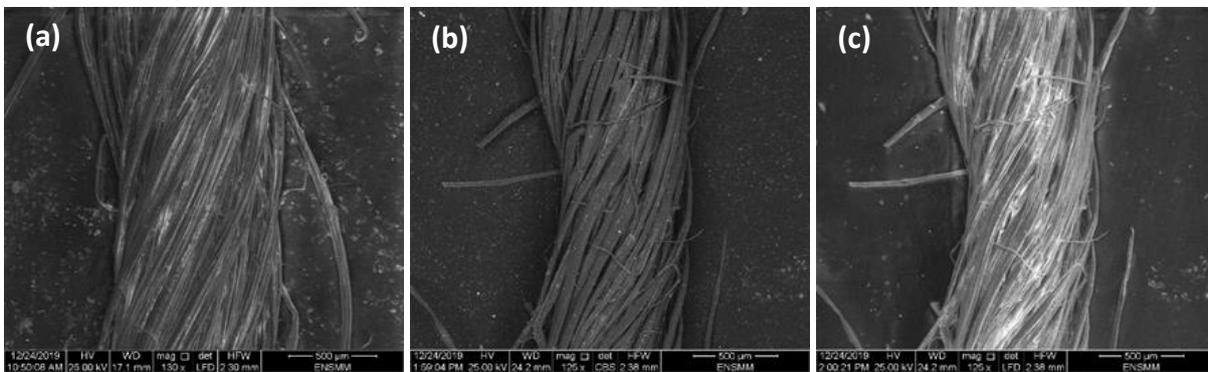


Fig. II.15 Micrographies obtenues par MEB de la section longitudinale de la fibre de jute : **(a)** non traité, **(b)** traité par NaHCO_3 et **(c)** traité par NaOH

II.4.2 Analyse thermique gravimétrique (ATG) des fibres

L'ATG est une technique mesurant la variation de masse, à l'aide d'une thermo balance, d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée (gaz d'Azote, Argon ou Hélium). Cette variation de masse peut être une perte de masse (émission de vapeurs) ou un gain de masse (fixation de gaz). L'échantillon présente généralement une masse comprise entre 10 mg et 1g suivant l'appareil utilisé et le matériau analysé.

Les analyses ATG ont été réalisées au niveau de laboratoire de génie matériaux à l'école polytechnique de Constantine en utilisant une machine METTLER TOLEDO, avec une large plage de température de 25 à 1600 °C (une précision de $\pm 0,25$ °C) (Fig. II.16).



Fig. II.16 Machine ATG model METTLER TOLEDO

Les spectres obtenus (Fig. II.17) représentent l'évolution de la perte de masse des fibres de jute, sisal et lin respectivement en fonction de la température. On remarque que l'allure des courbes contient la présence de trois pics principaux. Le premier pic de perte de masse se présente à une température entre 60 et 100°C. Ce dernier correspond à la vaporisation d'humidité au niveau de la fibre. Le second pic (entre 250 et 350°C) décrit la dégradation des composants cellulose, tels que la cellulose et l'hémicellulose, avec une perte d'environ de 48 % pour les fibres de jute et de 46 % pour les fibres de sisal. Le troisième pic (vers 350-400°C) se présente en relation de la décomposition des composants amorphes (lignine et pectine). Les mêmes résultats ont été prouvés par S. Biwas et al [BIS 15].

On remarque aussi aucune différence majeure n'apparaît entre les fibres traitées (par NaOH et par NaHCO₃) et non traitées pendant la perte de masse (la même allure). Ce phénomène met en évidence la stabilité de la composition chimique des fibres après les cycles de traitement chimique [GOU 14].

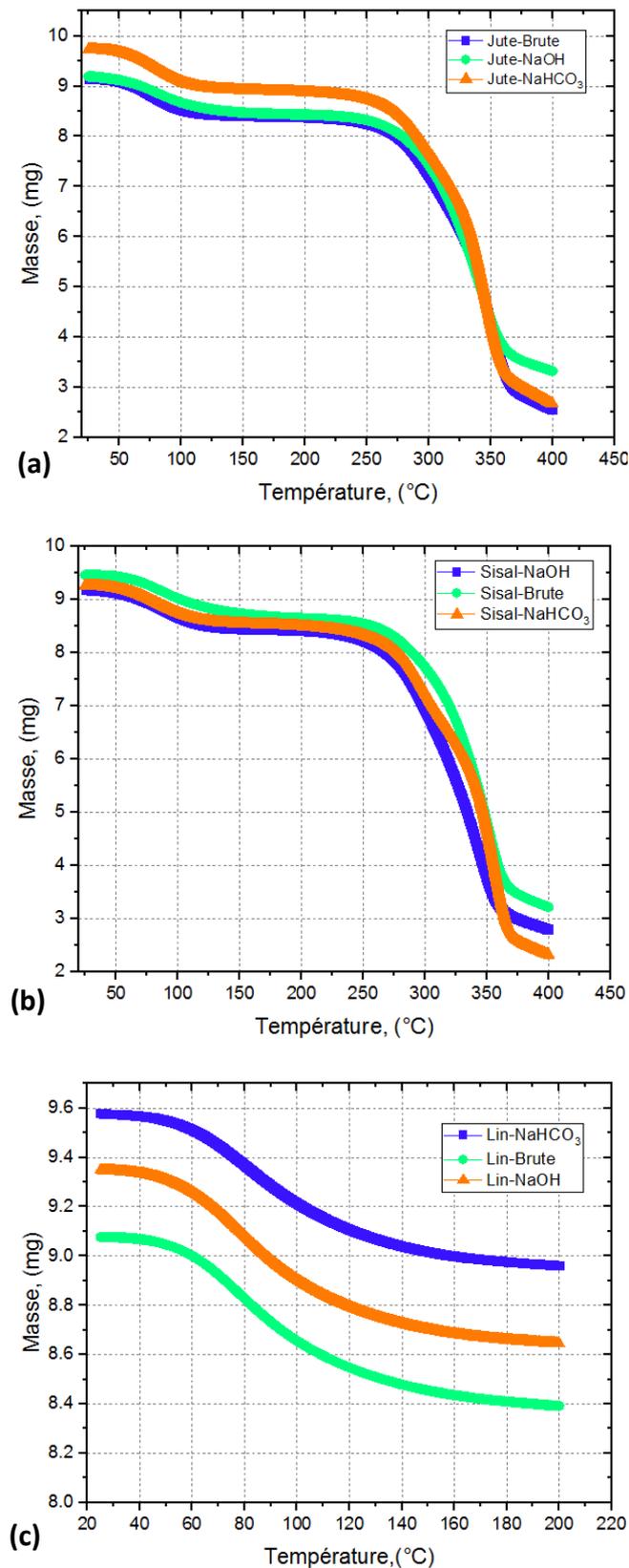


Fig. II.17 Spectres ATG des trois types de fibres étudiées non traitées, traitées par NaOH et traitées par bicarbonate : **(a)** jute, **(b)** sisal et **(c)** lin

Le tableau II.1 présente les différentes températures des pics de perte de masse et leurs valeurs (Δm %) de chaque type des fibres traitées et non traitées.

Tableau II.1 Synthèse des résultats d'ATG

Fibre	Traitement	1 ^{er} pic		2 ^{ème} pic		3 ^{ème} pic	
		Δm (%)	Temp (°C)	Δm (%)	Temp (°C)	Δm (%)	Temp (°C)
Jute	Brute	6,88	63,22	48,60	273,08	39,71	332,10
	NaOH	5,699	75,03	47,51	282,10	23,88	373,30
	NaHCO ₃	6,59	68,45	51,28	275,30	37,33	340,70
Sisal	Brute	1,45	64,33	54,58	277,167	25,17	351,08
	NaOH	1,09	81,17	43,76	265,50	33,16	362,83
	NaHCO ₃	2,26	71,83	43,82	280,66	35,48	378,77
Lin	Brute	5,60	72,50	–	–	–	–
	NaOH	2,31	66,16	–	–	–	–
	NaHCO ₃	2,42	62,33	–	–	–	–

II.4.3 Diffraction des rayons X

La méthode de diffraction par rayon X est une méthode privilégiée par plusieurs chercheurs dans le but de détermination du taux de cristallisation des fibres végétales.

Pour atteindre ce dernier, ils ont développé une méthode empirique appelée la méthode de Ségal, pour estimer le degré de cristallinité ($CrI\%$).

$$CrI = \frac{I_{002} - I_m}{I_{002}} \times 100 \quad \text{II.3}$$

avec :

I_{002} : intensité du capital de cellulose du pic aux alentours de $2\theta=22,7^\circ$;

I_m : intensité attribuée à la cellulose amorphe donnée aux environ de $2\theta=18,9^\circ$.

Les essais sont effectués sur des échantillons broyés mécaniquement à l'aide d'un moulin électrique jusqu'à une taille inférieure à 125 μm . La diffraction a été réalisée par une diffractomètre de type Bruker D8 Eco (au niveau de laboratoire des Silicates, Polymères et des Nano composites (LSPN), Université de Guelma), avec une vitesse de balayage de 0,2s/pas et un angle de diffraction entre 5 et 40°.

La figure II.18 présente les courbes de diffraction des fibres brute de jute, sisal et lin. D'après cette dernière, l'indice de cristallinité des fibres de jute, sisal et lin est de 62,5%, 77,8% et 53,04% respectivement.

On remarque que les fibres de sisal présentent le meilleur indice de cristallinité suivi par les deux autres fibres. Cela peut être expliqué par une quantité inférieure des composants amorphes (hémicellulose) par rapport aux fibres de jute et lin. Des résultats similaires ont été prouvés par [MOU 08] et [YAH 11].

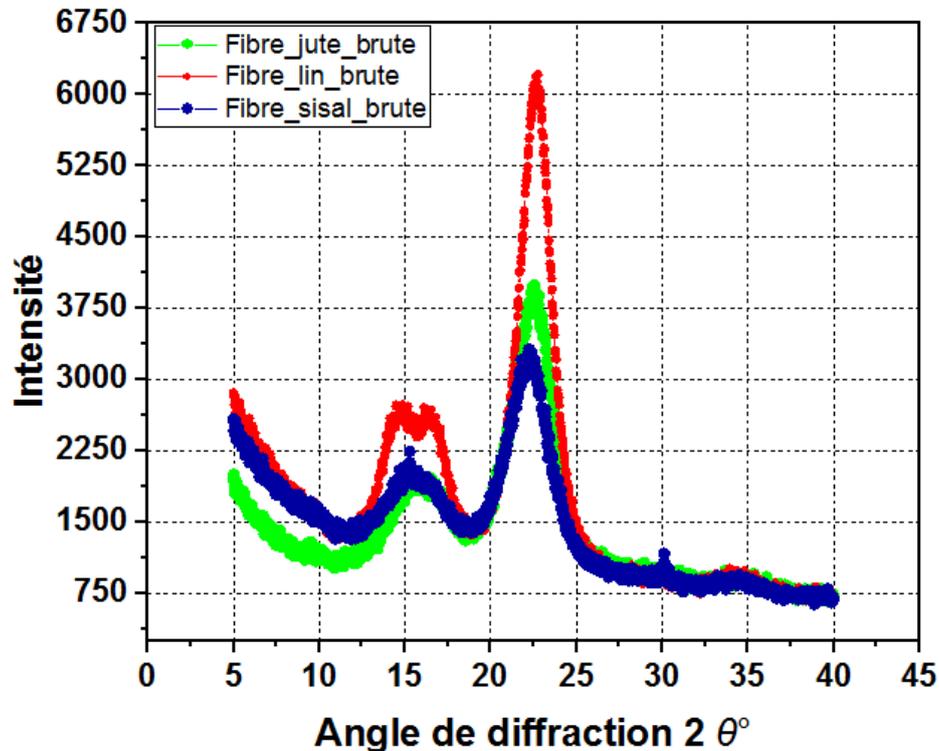


Fig. II.18 Courbes de DRX des fibres de jute, lin et sisal non traitées

II.5 MACHINE D'ESSAI MECANIQUE

Pour effectuer les essais mécaniques de traction et de flexion, on a utilisé une machine universelle de type EZ 20. Les fibres (sisal, jute et lin), les matrices et les composites (fibres/matrice) ont été soumis à des essais de traction. En revanche, les matrices et composites ont subi des essais de flexion. A noter que Cette machine possède une capacité de chargement allant jusqu'à 20 KN, avec une course comprise entre 0 et 1370 mm (Fig. II.19). Les déformations dans le sens de la traction ont été mesurées. La machine est pilotée par le logiciel NEXYGEN Plus. 3 qui permettent de mémoriser les paramètres : force appliquée, le temps d'essai, la contrainte appliquée, l'allongement, etc. Le module de Young E est déterminé par la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte déformation (σ - ϵ). La résistance à la traction σ_r , de chaque échantillon, est déterminée à partir de la charge maximale supportée avant la rupture finale.

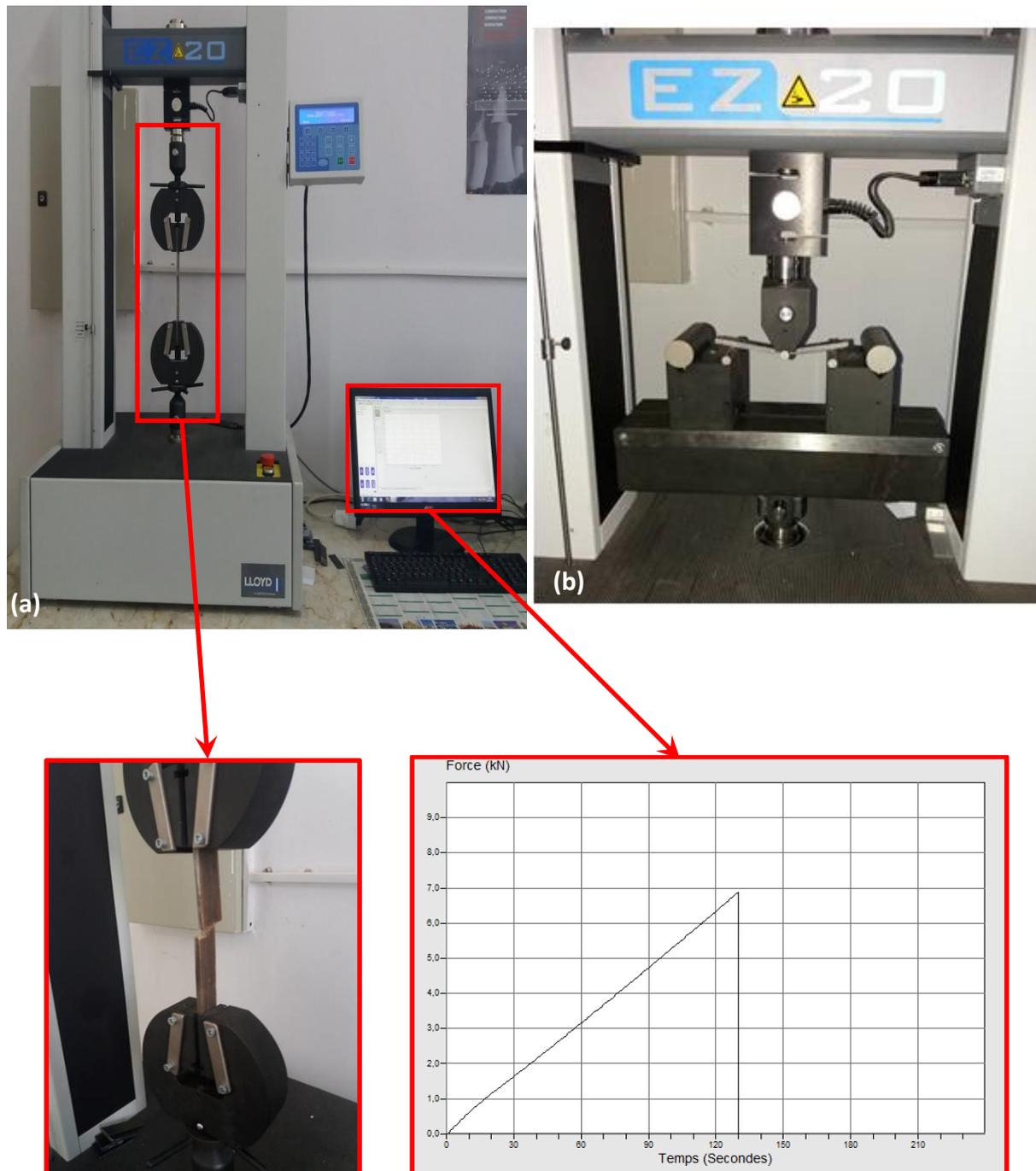


Fig. II.19 Machine d'essai universelle de marque EZ20 ; **(a)** position de traction et **(b)** position de flexion

II.6 CARACTERISATION MECANIQUE DES FIBRES VEGETALES UTILISEES

Les fibres utilisées (sisal, jute et lin) ont été caractérisées en traction simple (selon la norme ASTM D3822-07), avec une vitesse d'essai de 1 mm/min (Fig. II.20). Plus de 20 fibres ont été testées à différentes longueurs de 10, 30 et 50 mm.

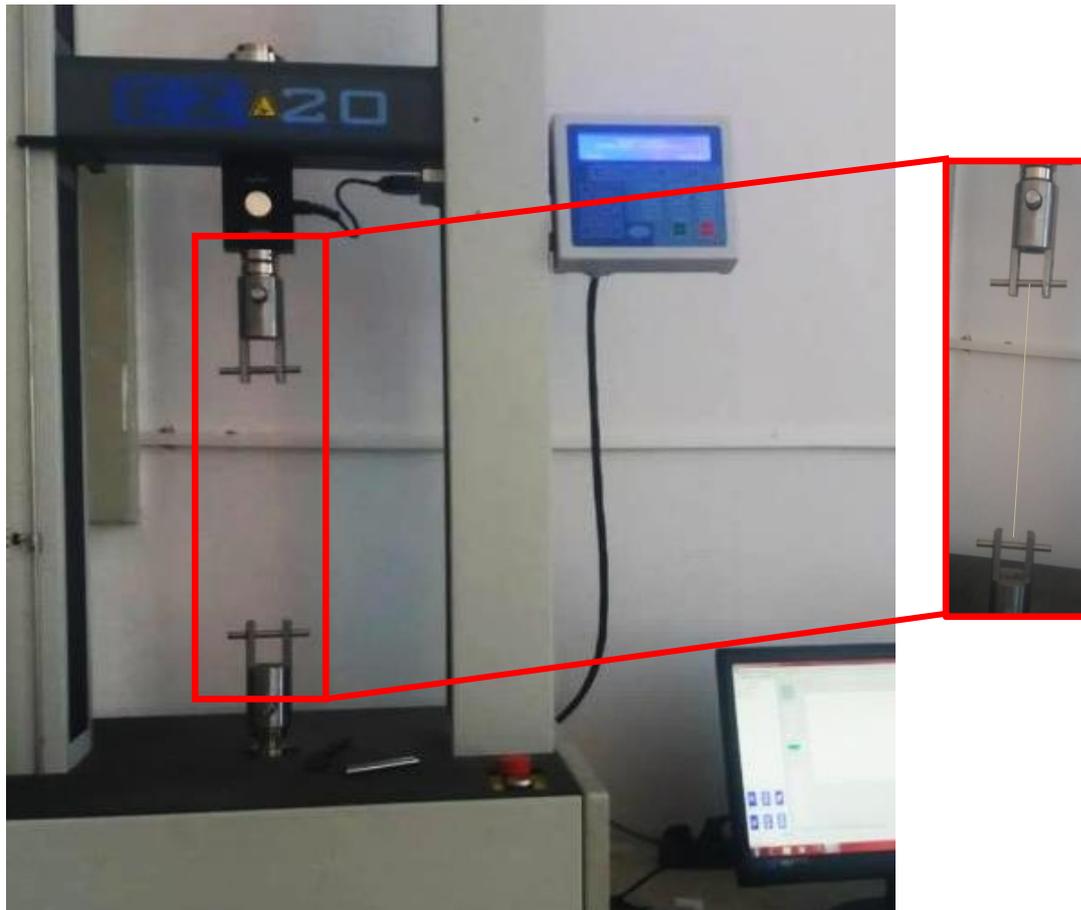


Fig. II.20 Caractérisation des fibres en traction jusqu'à la rupture (exemple de la fibre de sisal)

Les résultats de caractérisations des fibres sont présentés dans le tableau II.1.

Tableau II.2 Caractéristiques mécaniques des fibres (sisal, jute et lin)

Longueur	Limite de traction moyenne (MPa)	Allongement (%)	Moule d'Young moyen (GPa)
a) Sisal			
10	52,97	13,86	0,7200
30	31,95	20,91	0,2038
50	29,02	14,28	0,3750
b) Jute			
10	248,02	13,80	3,0060
30	212,36	4,85	8,8500
50	242,28	3,68	9,0160
c) Lin			
50	216,93	2,09	14,8800

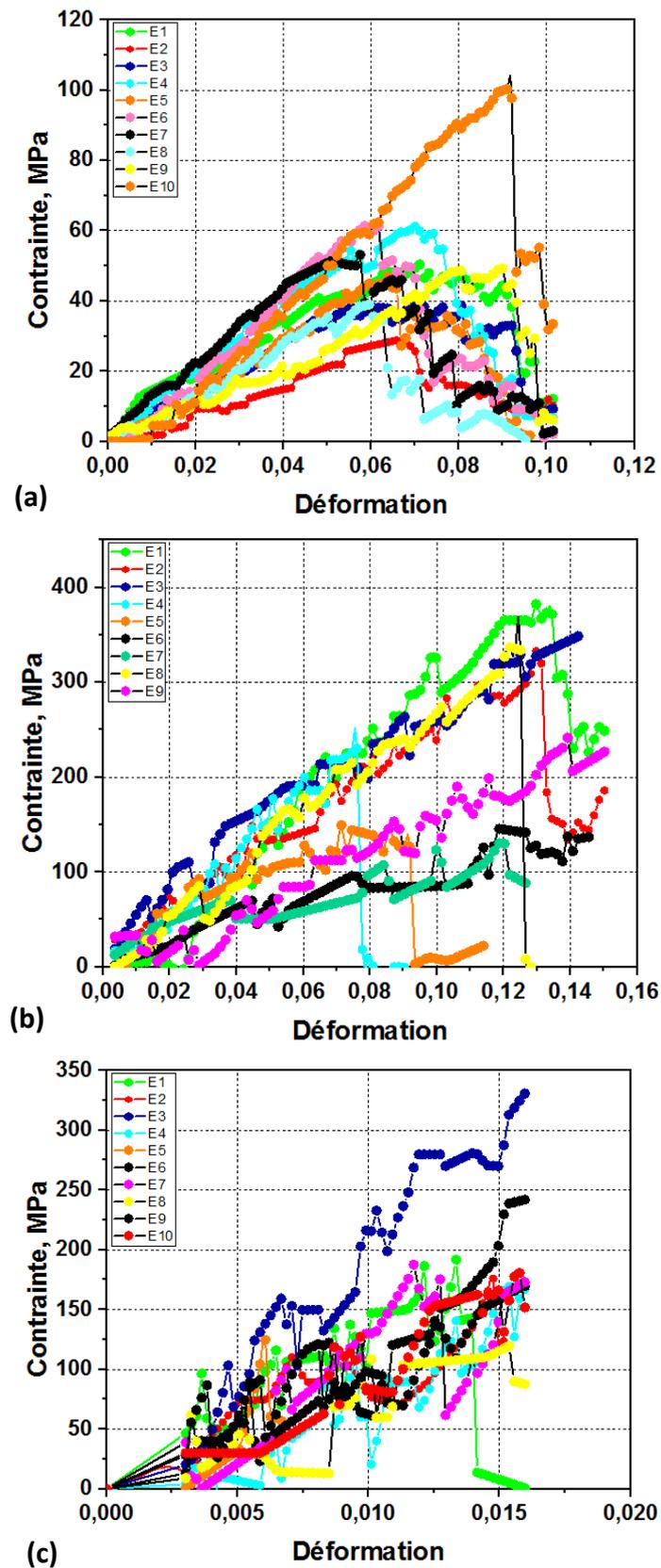


Fig. II.21 Courbes de traction des fibres de longueur 10 mm : **(a)** fibre de jute, **(b)** fibre de sisal et **(c)** fibre de lin

On remarque que toutes les courbes ont pratiquement la même allure (Fig. II.21). On note des différences et des dispersions de valeurs de la limite élastique, ainsi qu'une différence très nette des modules élastiques, qui se manifestent par des pentes différentes. Ces dispersions sont dues, d'une part à l'origine de leur emplacement dans la plante et à la méthode d'extraction de fibres d'autre part. En outre, les fibres ne possèdent pas les mêmes dimensions le long de la lame, c'est à dire que les dimensions des fibres sont plus importantes au pied de la lame par rapport à sa tête. Ceci dépend de la maturation de la plante. De plus, les lames externes sont plus mûres et possèdent donc des fibres de dimensions plus grandes que celles des lames internes (plus jeunes de la plante).

II.7 CARACTERISATION DES RESINES

Les deux types de résines utilisés : le polyester et l'époxyde ont été caractérisé en traction et en flexion.

II.7.1 Élaboration des éprouvettes des résines

La préparation des éprouvettes en résines polyester et époxyde est une étape primordiale lors de la caractérisation mécanique de ces dernières. Pour ce faire, on a élaboré un moule, en utilisant un polymère inorganique : la silicone. Les étapes de l'élaboration sont:

- préparation du gabarit (Fig. II.22) ;
- maintenir les éprouvettes avec le contour en aluminium et assurer sa fixation pour éviter l'écoulement de silicone ;



Fig. II.22 Gabarit

Une fois ces deux étapes effectuées, on passe aux étapes suivantes :

- dans un récipient, on mélange la quantité de silicone avec le durcisseur (500 g de silicone + 30 g de durcisseur) à l'aide d'une spatule jusqu'à obtenir un mélange homogène (Fig. II.23) ;



Fig. II.23 Mélange de silicone et le durcisseur

— verser le mélange sur les éprouvettes et laisser durcir (Fig. II.24) ;

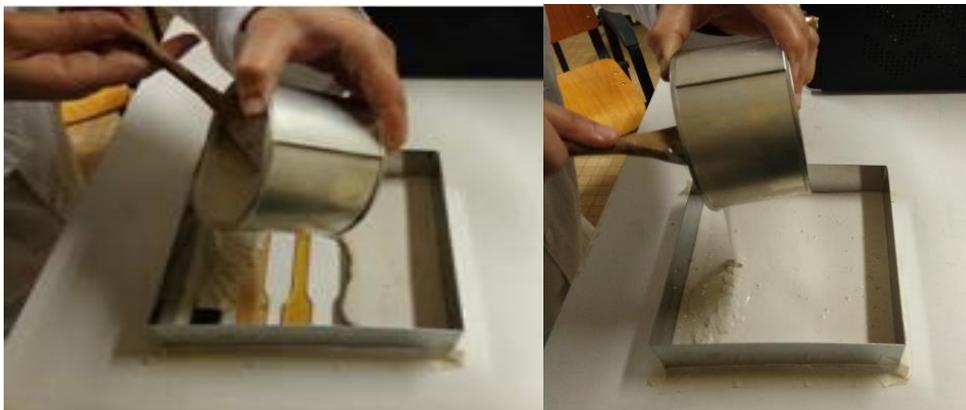


Fig. II.24 Moulage des gabarits

— laisser sécher la silicone, environ 15 heures au moins à température ambiante, avant de démouler (Fig. II.25) ;

— la figure II.26 représente des éprouvettes de traction après le démoulage.



Fig. II.25 Moule fini



Fig. II.26 Exemple des éprouvettes finies pour la traction

II.7.2 Caractérisation en traction des résines

La norme ASTM D 3039M-08 a été utilisée pour les conditions d'essai et les dimensionnements des éprouvettes des résines sollicitées en traction (Fig. II.27), avec une vitesse d'essai de 2 mm/min. La Figure II.28 présente des exemples des éprouvettes en résines, après l'essai de traction jusqu'à la rupture.



Fig. II.27 Caractérisation des résines en traction jusqu'à la rupture



Fig. II.28 Exemple d'une éprouvette en résines sollicitée en traction jusqu'à la rupture

La figure II.29 illustre le comportement mécanique en traction des deux résines utilisées, polyester et époxyde. L'évolution de la résine polyester se déroule en une phase quasi linéaire, caractérisée par une augmentation linéaire de la contrainte en fonction de la déformation jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette. Par contre, l'évolution du comportement de la résine époxyde se déroule suivant deux phases : une partie linéaire suivie par une zone plastique jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Le module longitudinal a été calculé selon la norme ASTM 3039 M-08. Les principales caractéristiques mécaniques (le module de Young E , la contrainte maximale à la rupture σ_r et la déformation relative correspondante ε) obtenues sont regroupés dans le tableau III.3.

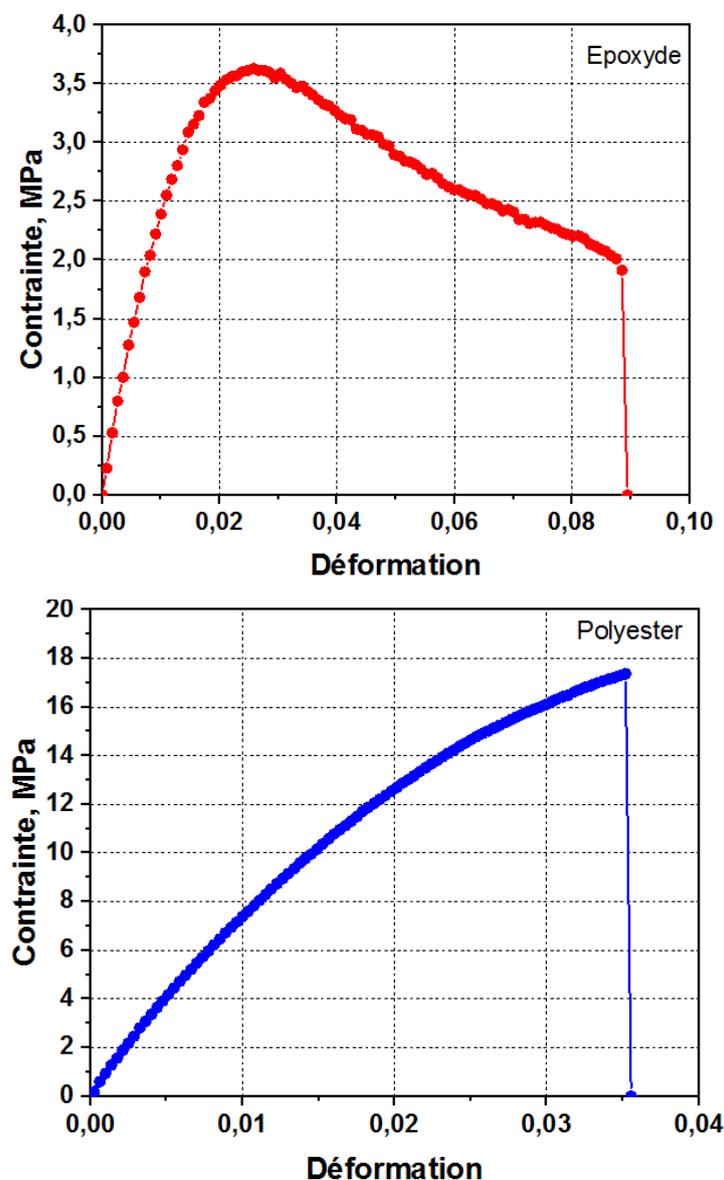


Fig. II.29 Courbes de traction simple des résines (époxyde et polyester)

Tableau II.3 Caractéristiques mécaniques en traction des résines

Résines	Limite de traction moyenne (MPa)	déformation (%)	Moule d'Young moyen (GPa)
Époxyde	3,6310	9,1273	0,0985
Polyester	17,3655	3,6685	0,6983

II.7.3 Caractérisation en flexion des résines

Les éprouvettes de caractérisation des résines en flexion sont élaborées selon la norme ASTM D 790. Les dimensions de l'éprouvettes sont : $h = 4 \pm 0,2$ mm, $L = 130$ mm, $l = 100$ mm et $b = 15$ mm. Les essais de flexion en 3 points ont été réalisés sur le banc d'essai EZ20 avec une vitesse de 2 mm/min (Fig. II.30).

**Fig. II.30** Principe d'essai de flexion de résine

Les évolutions de toutes les courbes de flexion, de la résine époxy présentent trois zones distinctes (Fig. II.31) :

- la première présente une partie élastique linéaire (région de calcul de module de Young) ;
- la deuxième zone est une courbe parabolique ;
- la troisième est une diminution de forme linéaire.

On note que dans le cas de la résine époxy la rupture de l'éprouvette n'a pas lieu même pour une flèche très importante de l'ordre de 35 mm. Par contre, le comportement de la résine polyester est caractérisé par une phase élastique jusqu'à une rupture brutale à une contrainte moyenne de 36 MPa. Les résultats de caractérisation en flexion des résines sont présentés dans le tableau II.4.

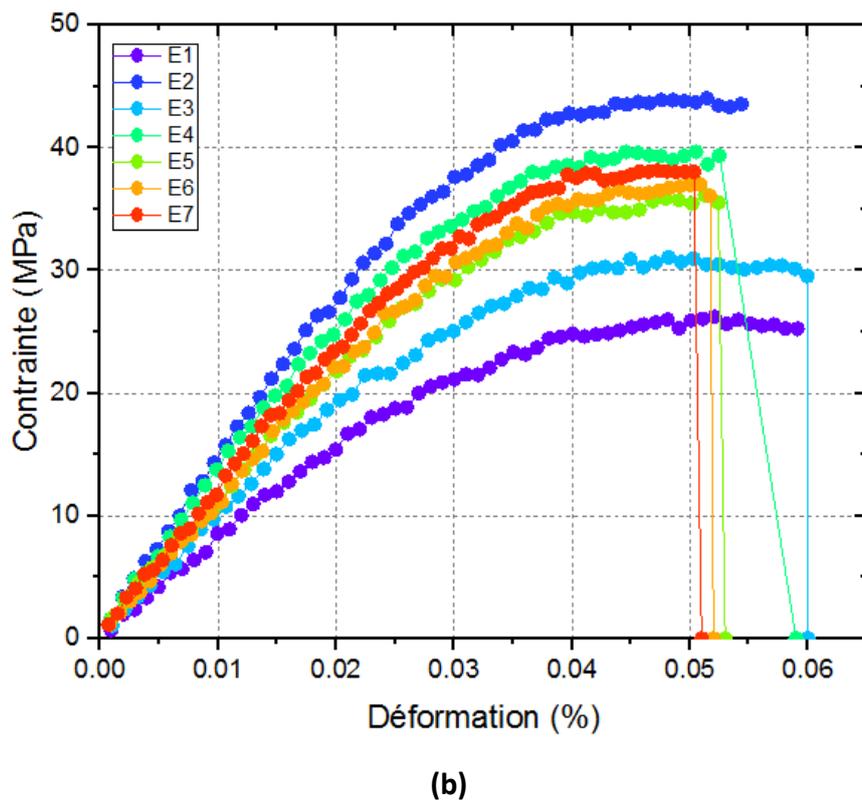
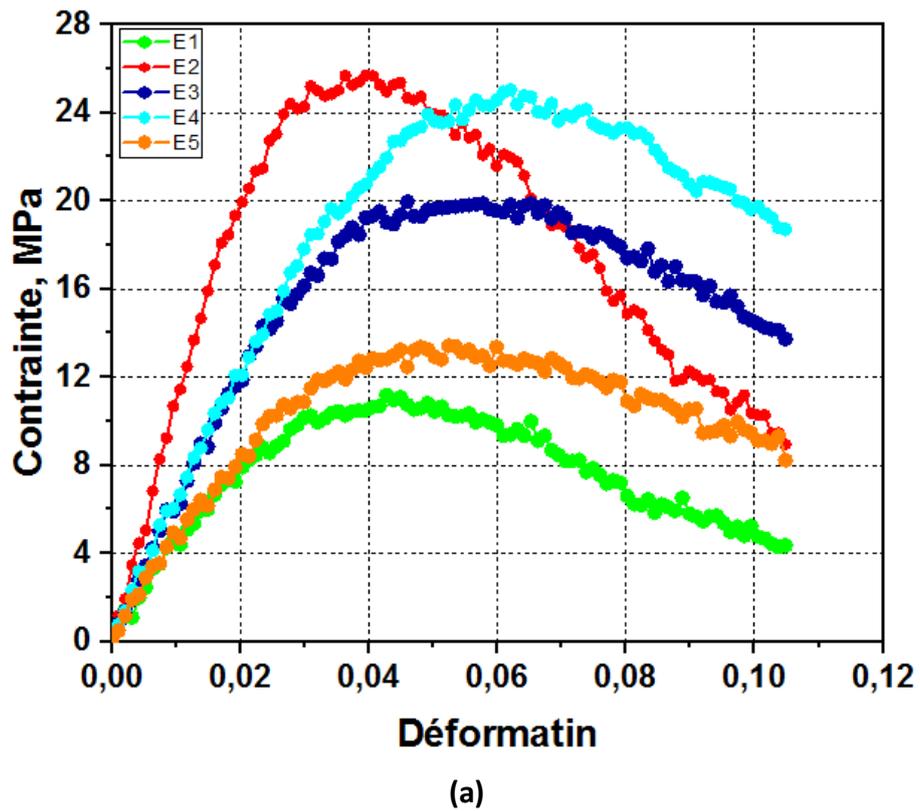


Fig. II.31 Représentation graphique des essais de caractérisation en flexion trois points pour les résines **(a)** époxyde et **(b)** polyester

Tableau II.4 Caractéristiques mécaniques en flexion des résines

Résines	Limite de traction moyenne (MPa)	Allongement (%)	Module d'Young moyen (GPa)
Époxyde	3,6310	9,1273	0,0985
Polyester	36,045	9,569	0,954

II.8 ESSAI DE FLEXION 3-POINTS

- ✓ La norme ASTM D790 a été aussi utilisée pour dimensionner les éprouvettes du stratifié (unidirectionnelle) qui sont de dimensions : $h = 2 \pm 0,3$ mm, $L = 80$ mm, $l = 40$ à 70 mm, et $b = 10$ mm. Où h , L , l , b sont respectivement l'épaisseur, la longueur totale, longueur entre appui et la largeur de l'éprouvette.
- ✓ Les essais de flexion 3-points, sont réalisés à une vitesse d'essai de 2mm/min, sur des éprouvettes soit : pour la résine seule ou bien pour les stratifiés bio-composites unidirectionnelle.
- ✓ Et enfin la norme ASTM D790 a été employée pour déterminer la contrainte et le module de Young en flexion présentés dans les formules suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \quad \text{II.4}$$

$$E_f = \frac{L^3 F}{4bh^3 w} \quad \text{II.5}$$

$$\varepsilon_f = \frac{6wF}{h^2} \quad \text{II.6}$$

II.9 PLAN D'EXPERIENCE

II.9.1 Essais par plans d'expériences

On se servira des plans d'expériences pour quantifier les influences des paramètres d'entrée sur les indicateurs de performance d'un composite (paramètres technologiques). Toutes les planifications des expériences et l'analyse statistique des résultats sont faites avec le logiciel Design-Expert (version 10). C'est un logiciel spécialisé pour la planification et l'analyse des expériences. Pour chaque type d'étude, on adoptera la démarche suivante:

- établissement du but et des objectifs des essais ;
- sélection des paramètres d'entrée (ou variables d'entrées) et des paramètres technologiques (ou réponses) ;

- choix du type de plan d'expérience ;
- conduite des essais ;
- modélisation rapide des réponses ;
- détermination des facteurs influents (classification);
- recherche des paramètres optimaux ;
- validation des résultats.

Cette méthode offre de nombreux avantages parmi lesquels :

- ✓ diminution du nombre des essais, donc du coût des essais ;
- ✓ détection des interactions entre les facteurs ;
- ✓ détection des conditions optimales ;
- ✓ meilleure précision des résultats ;
- ✓ modélisation et optimisation des résultats.

La différence capitale entre la méthode d'un facteur à la fois (uni factorielle) et la méthode des plans d'expérience (multi factorielle) tient du fait qu'on fait varier les niveaux de tous les variables d'entrées à la fois à chaque expérience. Des exemples d'utilisation, de modélisation et d'optimisation par plans d'expérience se trouvent au chapitre III.

II.9.2 Plans d'expériences

a) Terminologie (*Réponses, variables, niveaux*)

Avant d'aborder l'étude des plans d'expériences, il convient de préciser le vocabulaire qu'on va utiliser. On s'inspirera pour cela de la norme AFNOR X 06-080 et des usages des différentes disciplines auxquelles on fera appel. Un phénomène peut toujours être mis sous la forme mathématique suivante :

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n) \quad \text{II.7}$$

avec

Y_i	grandeur à laquelle s'intéresse l'expérimentateur : cette grandeur est appelée la réponse ou paramètre technologique;
X_i	variables d'entrées sur lesquelles l'expérimentateur peut agir ; ces variables peuvent être continues ou discontinues ; on les appelle les variables ou paramètres d'entrée ; les plans d'expériences permettent d'étudier l'influence d'un grand nombre de variables d'entrées sans multiplier exagérément le nombre des essais ;
f	fonction mathématique qui explique le mieux les variations de la réponse selon les différentes valeurs données aux X_i . Dans le cas des plans d'expériences, cette fonction mathématique est souvent un polynôme dont nous préciserons la forme dans les paragraphes suivants.

Lorsque l'on étudie un variable d'entrée X_i , par exemple fraction volumique (X_4), on ne le fait pas varier dans de larges proportions. On définit toujours, en fonction des besoins de l'étude, une valeur inférieure et une valeur supérieure. Les variations d'un variable sont donc limitées par deux bornes. La borne inférieure retenue par l'expérimentateur est appelée niveau bas et la borne supérieure, niveau haut. On a l'habitude de désigner par le signe moins (-) le niveau bas d'une variable et par le signe plus (+) son niveau haut [VIV 02 et POI 93]

b) Notion d'espace expérimental

On suppose qu'un expérimentateur lance une étude. Il s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la réponse (ou paramètre technologique), c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme «variable d'entrée» on emploiera le mot paramètre d'entrée. On dit que la réponse dépend de plusieurs paramètres d'entrée.

Le premier variable peut être représenté par un axe gradué et orienté (Fig. II.32). La valeur donnée à un variable pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsque l'on étudie l'influence d'une variable d'entrée, en général, on limite ses variations entre deux bornes :

- la borne inférieure est le niveau bas ;
- la borne supérieure est le niveau haut.

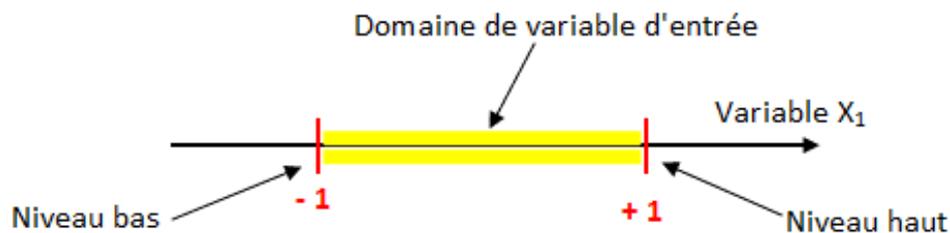


Fig. II.32 Domaine de variation du «variable», constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre la variable d'entrée entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation d'un variable, ou plus simplement, le domaine de variable. On a l'habitude de noter le niveau bas par -1 et le niveau haut par $+1$.

S'il y a une seconde variable, elle est représentée, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour la première variable, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier.

On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé l'espace expérimental (Fig. II.33).

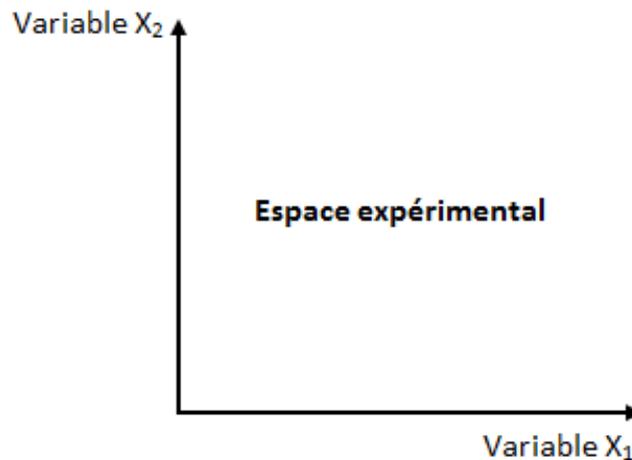


Fig. II.33 Définition de l'espace expérimental

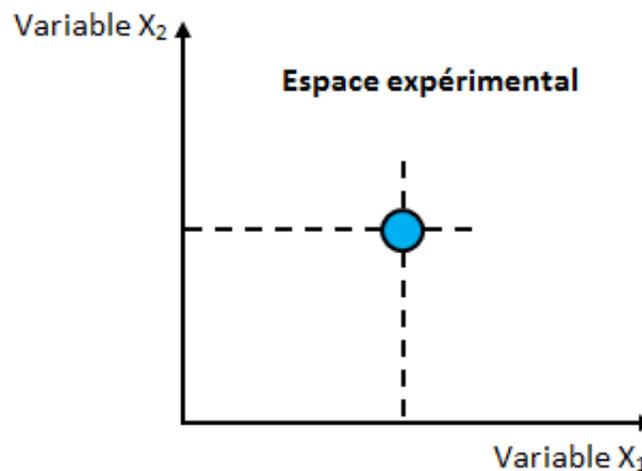


Fig. II.34 Niveaux des paramètres d'entrée définissant des points expérimentaux dans l'espace expérimental

Le niveau X_1 de variable 1 et le niveau X_2 de variable 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (Fig. II.35). Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.

La réunion des domaines de chaque facteur définit le « domaine d'étude ». Ce domaine d'étude est la partie de l'espace expérimental retenu par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire un ensemble d'expériences bien définies, est représentée par une série de points disposés dans le domaine d'étude (Fig. II.35).

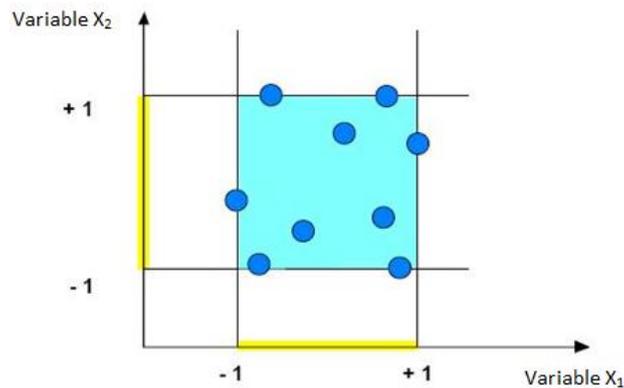


Fig. II.35 Définition du domaine d'étude par l'expérimentateur

Cette manière de représenter une expérimentation par un ensemble de points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude.

La définition que nous venons de donner s'applique bien aux variables continues. Mais il existe d'autres types de variables qui ne sont pas continus.

Les niveaux X_i représentent les coordonnées d'un point expérimental et Y est la valeur de la réponse en ce point. On attribue à la réponse un axe orthogonal à l'espace expérimental. La représentation géométrique d'un plan d'expériences et des réponses associées nécessite donc un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. La représentation géométrique des résultats d'un plan à deux variables nécessite un espace à trois dimensions : une pour la réponse, deux pour les variables.

À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse (Fig. II.36).

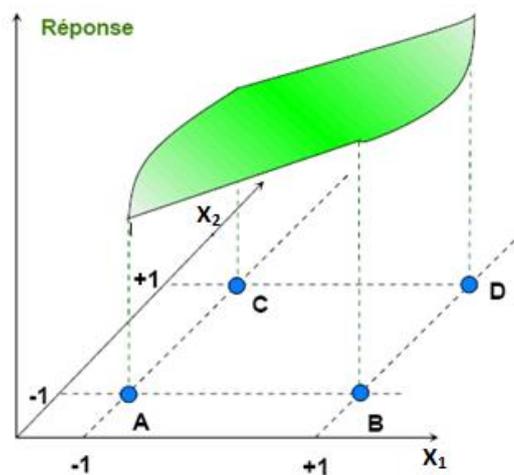


Fig. II.36 Définition de la surface de réponse

II.9.3 Plans pour surfaces de réponse

Les plans du second degré ou plans pour surfaces de réponse permettent d'établir des modèles mathématiques du second degré. Les termes en X_i^2 traduisent les effets de courbure qui peuvent apparaître. Pour ces modèles (modèles quadratiques), il existe plusieurs familles de plans. Les plus connus et utilisés sont les plans composites centrés, les plans hybrides, les plans de Doehlert et les plans de Box-Behnken.

a) Plans composites centrés

Un plan composite est constitué de trois parties :

- un plan factoriel dont les variables prennent deux niveaux ;
- au moins, un point expérimental situé au centre du domaine d'étude ;
- des points axiaux ; ces points expérimentaux sont situés sur les axes de chacun des variables.

La Figure II.37 représente un plan composite pour deux variables :

- les points A, B, C et D sont les points expérimentaux d'un plan factoriel 2^2 ; le point E est le point central. Ce point peut avoir été répliqué une ou plusieurs fois ;
- les points F, G, H et I sont les points axiaux. Ces quatre derniers points forment ce que l'on appelle le plan en étoile.

On réalise 9 essais et 6 coefficients doivent être déterminés. Il faut donc résoudre un système de 9 équations à 6 inconnues. Les coordonnées des points en étoile dépendent du critère d'optimalité choisi. En général, on retient le critère de presque orthogonalité ou le critère d'isovariance par rotation.

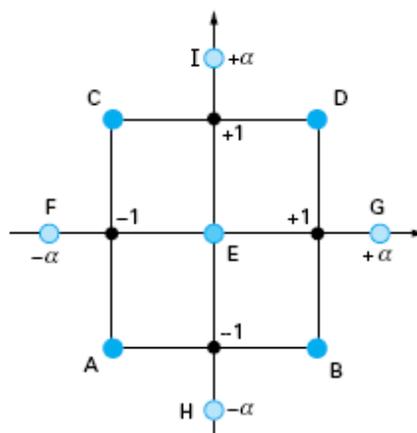


Fig. II.37 Plan composite pour deux variables

Les plans composites prennent facilement la suite d'un premier plan factoriel dont les résultats sont inexplicables par un modèle du premier degré. Il suffit d'effectuer les expériences correspondant aux points en étoile et de faire les calculs sur l'ensemble de toutes les expériences. Les plans composites sont parfaitement adaptés à l'acquisition progressive des résultats (Tableau II.5).

Tableau II.5 Plans composites

Nombre de variables	2	3	4	5	6
Nombre total d'essais ⁽¹⁾	13	18	30	50	86
<i>(1) Ces nombres d'essais incluent 5 essais au centre du domaine expérimental pour 2 variables et 6 essais au centre du domaine expérimental pour 3, 4 variables.</i>					

b) Plans hybrides

Les plans hybrides ont été mis au point par Roquemore [ROQ 76]. Leur objectif est d'essayer d'approcher deux critères d'optimalité, celui d'orthogonalité et celui d'isovariance par rotation :

- l'orthogonalité garantit la meilleure précision possible sur les coefficients du modèle ;
- l'isovariance par rotation conduit à des erreurs de prévisions identiques à une même distance du centre du domaine.

Si l'expérimentateur recherche ces deux propriétés, il doit penser à utiliser un plan hybride. Les plans hybrides se désignent de la manière suivante : on indique le nombre de variables, puis le nombre de points expérimentaux dont un seul point central, enfin une lettre pour distinguer deux plans ayant le même nombre de variables et le même nombre de points expérimentaux.

Ce sont des structures très particulières qui ont pour intérêt principal leur faible nombre d'essais par rapport aux 2 catégories précédentes.

Cette caractéristique a cependant un coût : les estimations sont de qualité médiocre et les plans hybrides sont peu robustes au non-respect des niveaux des facteurs (Tableau II.6).

Tableau II.6 Plans hybrides

Nombre de variables	3	4	6
Nombre total d'essais	11	16	28

c) Plans de Doelhart

Ces plans se singularisent par 2 spécificités :

- ✓ la possibilité, après un premier plan de Doelhart, d'ajouter un ou plusieurs facteurs, si l'on a pris la précaution de fixer ce ou ces facteurs à un niveau intermédiaire au cours de la première étape ;
- ✓ la possibilité de se déplacer dans le domaine expérimental dans une direction donnée pour un coût expérimental limité [CHA 05 et KAM 11].

Le tableau II.7 présente les nombres des essais correspondent les nombres des variables.

Tableau II.7 Plans de Doelhart

Nombre de variables	2	3	4	5	6
Nombre total d'essais⁽¹⁾	7	13	21	31	43
<i>(1) Ces nombres d'essais incluent 1 essai au centre du domaine expérimental pour 3 à 6 variables.</i>					

d) Plans de Box-Behnken

Les plans de Box et Behnken sont de mise en œuvre aisée car tous les variables ne prennent que trois niveaux : -1, 0 et +1 (en variables codées). Le tableau II.8 présente les nombres des essais correspondent les nombres des variables. La matrice d'expériences correspondant à un plan à quatre variables comporte vingt-quatre expériences, complétées par cinq expériences au centre du domaine d'étude est présentée dans le chapitre III.

Tableau II.8 Plans de Box-Behnken

Nombre de variables	3	4	5	6
Nombre total d'essais⁽¹⁾	17	29	46	54
<i>(1) Ces nombres d'essais incluent 5 essais au centre du domaine expérimental pour 3 et 4 facteurs et 6 essais au centre du domaine expérimental pour 6 variables.</i>				

II.9.4 Essais par la méthode de variation d'un facteur à la fois

Comme son nom l'indique, la méthode de variation d'une variable à la fois consiste à étudier un phénomène en variant un seul variable à la fois. On fixe le niveau de toutes les variables sauf une et l'on mesure la réponse en fonction de plusieurs valeurs de la variable non fixée. À la fin de l'expérimentation, sur cette première variable, on sélectionne une autre variable à étudier et on recommence le processus. Des exemples de cette méthode se trouvent au chapitre IV.

Ce type d'approche est coûteux, mais il est plus facile et le plus usuel en cas d'un nombre réduit des variables.

II.10 CONDITIONS EXPERIMENTALES

Parmi le grand nombre de variables qui influent sur le comportement d'un composite, on peut citer les éléments de préparation d'un composite (type de fibre, fraction volumique, ...), le type de la matrice, ainsi que les conditions de travail (rigidité de la machine, température, Humidité, ...). Les paramètres d'entrée utilisés pour les différents essais dans cette étude sont indiqués dans le tableau II.9.

Tableau II.9 Conditions de travail

Paramètres d'entrée	Code	Niveau		
		-1	0	+1
Type de fibre	X ₁	Lin	Jute	Sisal
Type de traitement chimique	X ₂	NaHCO ₃	Brut	NaOH
Pourcentage de fibre, (wt. %)	X ₃	10	15	20
Durée de traitement, (heure)	X ₄	4	12	24

II.11 CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents matériels indispensables aux essais mécaniques. Premièrement, on a défini les renforts et les matrices utilisées, ainsi que la procédure de fabrication des plaques de bio-composites. Puis, une description de la technique expérimentale et des normes utilisées pour les essais statiques (traction simple et flexion trois points) ont été exposées.

Ensuite, les surfaces des fibres ont été modifiées par la soude (NaOH) et le bicarbonate (NaHCO₃) pour rendre celle-ci compatible avec les matrices polymères non-polaires utilisées (polyester et époxyde). Les résultats des caractérisations par MEB ont montré que les fibres ont effectivement été modifiées. De plus, les caractérisations par analyse thermogravimétrique ont montré que le traitement de surface augmente la stabilité thermique des fibres à haute température.

Enfin, la méthode de planification des expériences et les conditions expérimentales ont été définies.

CHAPITRE III

Chapitre I : GÉNÉRALITÉS & ÉTAT DE L'ART

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES & CARACTERISATIONS

Chapitre III : ÉTUDE STATISTIQUE ET MODELISATION

III.1 INTRODUCTION	71
III.2 METHODOLOGIE DE SURFACE DE REPONSE « MSR »	71
III.3 MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES	73
III.4 MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES EN TRACTION SIMPLE	76
III.5 MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES EN FLEXION TROIS POINTS	95
III.6 CONCLUSION	114

Chapitre IV : ANALYSE DU COMPORTEMENT DE BIO-COMPOSITE

III.1 INTRODUCTION

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux utilisés pour la détermination des modèles mathématiques des différents paramètres technologiques étudiés (Les contraintes maximales à la rupture σ_t et σ_f et les modules d'élasticité E_t et E_f) d'un matériau bio-composite renforcé par deux types de résines (polyester/ou époxyde). Ces modèles permettent d'exprimer les relations mathématiques entre les paramètres qui interviennent sur la préparation d'un bio composite; (le type de fibre 'X₁', le type de traitement chimique 'X₂', le pourcentage de fibre 'X₃' et la durée de traitement 'X₄') et les paramètres technologiques étudiés lors d'une traction simple et d'une flexion 3 points.

La détermination des modèles mathématiques des différents paramètres technologiques étudiés est faite à l'aide des deux logiciels : Minitab16 et Design-Expert V10. Ces derniers sont caractérisés par l'analyse de régression, l'analyse de variance (ANOVA), et la surface de réponse. L'objectif de cette analyse est de déterminer les facteurs et les interactions qui ont un effet statistiquement significatif sur les paramètres étudiés. Le logiciel Matlab V16 est aussi utilisé pour la présentation des courbes des paramètres technologiques en fonction des paramètres d'entrée en 3D.

L'analyse est effectuée pour un niveau de signification $\alpha = 0,05$ (c à d pour un niveau de confiance de 95%). Une faible valeur de Probabilité ($\leq 0,05$) ou niveau de confiance 95% indique que les modèles obtenus sont considérés statistiquement significatifs, ce qui est souhaitable.

La fin de ce chapitre a été consacrée à une comparaison entre les résultats obtenus par les modèles de prédiction et les mesures expérimentales. Suivie par une présentation de l'approche de la fonction de désirabilité pour la détermination des conditions optimales (paramètres d'entrée).

III.2 METHODOLOGIE DE SURFACE DE REPONSE « MSR »

La Méthodologie des Surfaces de Réponses MSR est mis en place pour la modélisation, l'analyse statistique ANOVA et l'optimisation des paramètres technologiques étudiés en fonction des paramètres d'entrée. La méthodologie de surface de réponse (MSR) est une procédure qui comprend six étapes [AOU 12] :

- 1) définir les variables d'entrée indépendantes et les paramètres technologiques désirées ;
- 2) adopter un plan de conception expérimentale ;
- 3) effectuer une analyse de régression avec le modèle mathématique de MSR ;

- 4) analyser par ANOVA les paramètres d'entrée, afin de trouver les paramètres qui affectent considérablement la réponse ;
- 5) déterminer la situation du modèle quadratique de MSR et de décider si le modèle de MSR à besoin des variables de dépistage ou non et enfin ;
- 6) optimiser, la conduite d'expérimentation et la confirmation et de vérifier les caractéristiques de performance prédite.

La figure III.1 présente l'organigramme de la Méthodologie de Surface de Réponse MSR.

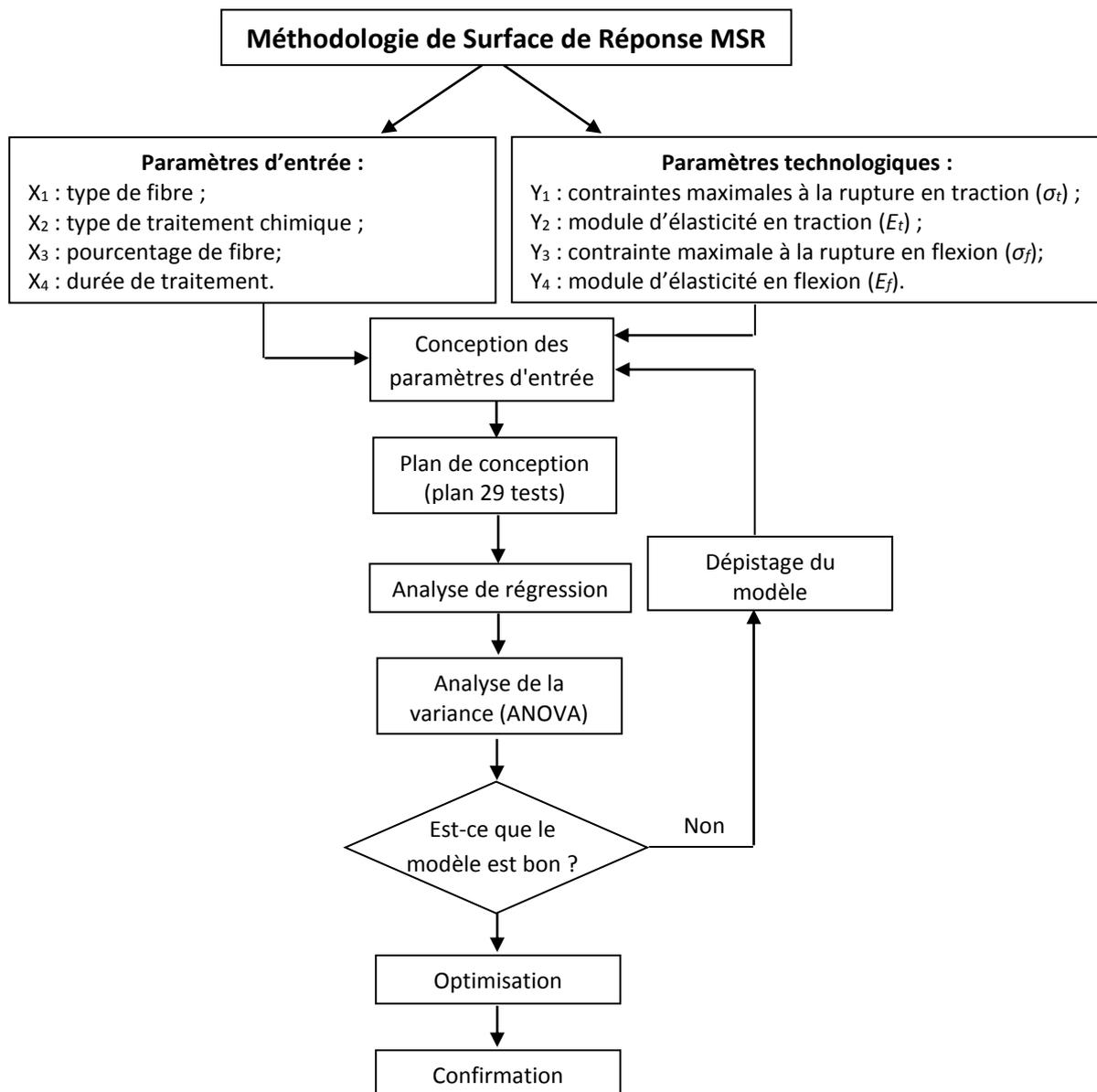


Fig. III.1 Logigramme de la RMS

L'utilisation de la méthodologie de la surface de réponse permet d'une part de modéliser une variable dépendante Y , dite paramètres technologiques (Les contraintes maximales à la rupture σ_t et σ_f et les modules d'élasticité E_t et E_f), en fonction d'un certain

nombre de variables indépendantes (paramètres d'entrée), X_1, X_2, \dots, X_k , d'autre part, d'analyser l'influence et l'interaction de ces dernières sur la réponse. On peut ainsi écrire le modèle pour une réponse donnée (Y) sous la forme suivante :

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i X_i + \sum_{i=1}^k a_{ii} X_i^2 \quad \text{III.1}$$

- Y est la grandeur à laquelle s'intéresse l'expérimentateur. C'est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée ;
- X_i représente le niveau attribué au facteur i . C'est la valeur de la coordonnée du facteur i retenue par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On supposera même, par la suite, que ce niveau est déterminé sans erreur (Hypothèse classique de la régression) ;
- a_0, a_i, a_{ii} représentent respectivement le terme constant, les coefficients des termes linéaires et des termes quadratiques. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

Afin de tester la validité du modèle, l'analyse des variances (ANOVA) est utilisée pour examiner la signification et l'adéquation du modèle. ANOVA permet de tracer les surfaces de réponse, d'estimer l'influence et l'interaction simultanées des paramètres d'entrée sur les phénomènes étudiés (les contraintes maximales à la rupture et les modules d'élasticité).

Un autre coefficient important R^2 , appelé coefficient de détermination, Il peut s'interpréter comme le quotient des variances expliqué par la variance des réponses mesurées. Lorsque R^2 est proche de l'unité, à ce moment-là on a une très bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les valeurs prédites. Le coefficient de détermination de la régression multilinéaire R^2 est défini par le rapport de la dispersion des résultats, expliquée par le modèle, à la dispersion totale des résultats (III.2) :

$$R^2 = 1 - \frac{SEC_{erreur}}{SEC_{totaux}} \quad \text{III.2}$$

avec: SEC_{erreur} somme des carrés des résidus (ou erreurs) ;
 SEC_{totaux} somme des carrés totaux.

III.3 MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES

Les valeurs expérimentales des contraintes maximales à la rupture σ_t et des modules d'élasticité E_t pour les deux résines utilisées sont présentées dans le tableau III.1, ont été

obtenues suite aux différentes combinaisons des paramètres d'entrée ; le type de fibres 'X₁', le type de traitement chimique 'X₂', le pourcentage de fibre 'X₃' et la durée du traitement 'X₄' lors d'une traction simple. La matrice de planification des expériences pour un plan incomplet est appliquée suivant le plan de Box-Behnken afin de réduire le nombre des expériences [BOX 51]. Pour déterminer le nombre d'essais nécessaires, on applique la formule suivante :

$$N = 2^n + 2n + Nc \quad \text{III.3}$$

avec: N nombre d'essais ;
 n nombre de paramètres d'entrée ;
 Nc nombre de paramètres centraux.

Dans notre cas, on a pris quatre paramètres d'entrée ($n = 4$) et le nombre de paramètres centraux est cinq ($Nc = 5$). Nous avons alors : $N = 2^4 + 2 \times 4 + 5 = 29$ essais. Les essais ont été numérotés de 1 à 29. Le tableau III.1 présente la matrice de planification des expériences pour un plan incomplet est proposée par Box-Behnken [BOX 51].

On remarque que les valeurs maximales des contraintes maximales à la rupture en traction pour une résine époxyde ont été obtenues durant le test N°8, dont les conditions suivantes : $X_1 = 0$ (jute), $X_2 = +1$ (NaOH), $X_3 = +1$ (20 wt. %) et $X_4 = 0$ (12 heures). Or pour la résine polyester la valeur maximale de $\sigma_{t-polyester}$ a été obtenue au courant du test N° 23 pour les conditions suivantes : $X_1 = 0$ (jute), $X_2 = -1$ (NaHCO₃), $X_3 = +1$ (20 wt. %) et $X_4 = 0$ (12 heures). Alors que leurs valeurs minimales de la contraintes maximales à la rupture en traction $\sigma_{t-époxyde}$ et $\sigma_{t-polyester}$ ont été enregistrées pour les conditions suivantes : [$X_1 = -1$ (lin), $X_2 = 0$ (brute), $X_3 = -1$ (10 wt. %) et $X_4 = 0$ (12 heures)] et [$X_1 = +1$ (sisal), $X_2 = +1$ (NaOH), $X_3 = 0$ (15 wt. %) et $X_4 = 0$ (12 heures)] respectivement. Les valeurs maximales des modules d'élasticité $E_{t-époxyde}$ et $E_{t-polyester}$ ont été mesurées durant les essais N° 1 [$X_1 = 0$ (jute), $X_2 = 0$ (brute), $X_3 = +1$ (20 wt. %) et $X_4 = -1$ (4 heures)] et N° 23 [$X_1 = 0$ (jute), $X_2 = -1$ (NaHCO₃), $X_3 = +1$ (20 wt. %) et $X_4 = 0$ (12 heures)]. Cependant, les valeurs minimales des modules d'élasticité $E_{t-époxyde}$ et $E_{t-polyester}$ ont été mesurées pendant les essais N° 18 [$X_1 = +1$ (sisal), $X_2 = 0$ (brute), $X_3 = 0$ (15 wt. %) et $X_4 = -1$ (4 heures)] ou N° 19 [$X_1 = +1$ (sisal), $X_2 = 0$ (brute), $X_3 = 0$ (15 wt. %) et $X_4 = +1$ (24 heures)] et N° 6 [$X_1 = -1$ (lin), $X_2 = 0$ (brute), $X_3 = -1$ (10 wt. %) et $X_4 = 0$ (12 heures)] respectivement.

Tableau III.1 Paramètres technologiques suivant le plan de Box-Behnken en traction

N° Essais	Paramètres d'entrée								Paramètres technologiques			
	Valeurs codifiées				Valeurs réelles				Résine époxyde		Résine polyester	
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Type de fibre	Type de traitement chimique	Pourcentage de fibre (wt. %)	Durée de traitement (h)	Contrainte maximale en traction σ_t (MPa)	Module d'élasticité en traction E_t (GPa)	Contrainte maximale en traction σ_t (MPa)	Module d'élasticité en traction E_t (GPa)
1	0	0	1	1	Jute	Brute	20	24	59,49	2,13	54,68	1,96
2	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	36,92	1,53	30,90	1,49
3	0	1	0	1	Jute	NaOH	15	24	41,08	1,53	34,75	1,50
4	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	36,92	1,53	30,90	1,50
5	0	0	-1	1	Jute	Brute	10	24	25,20	1,56	22,62	1,46
6	-1	0	-1	0	Lin	Brute	10	12	17,07	1,02	13,78	0,76
7	0	-1	-1	0	Jute	NaHCO ₃	10	12	28,36	1,12	25,95	1,65
8	0	1	1	0	Jute	NaOH	20	12	67,41	2,09	57,60	1,57
9	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	36,92	1,53	30,90	1,50
10	-1	0	0	-1	Lin	Brute	15	4	32,94	1,31	24,23	1,11
11	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	36,92	1,53	30,90	1,50
12	-1	0	0	1	Lin	Brute	15	24	32,94	1,11	24,23	1,31
13	1	0	1	0	Sisal	Brute	20	12	43,84	1,27	38,72	1,76
14	1	-1	0	0	Sisal	NaHCO ₃	15	12	37,02	1,46	30,08	1,67
15	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	36,92	1,53	30,90	1,50
16	-1	-1	0	0	Lin	NaHCO ₃	15	12	39,72	1,55	31,65	1,45
17	-1	0	1	0	Lin	Brute	20	12	59,84	1,91	56,64	1,88
18	1	0	0	-1	Sisal	Brute	15	4	34,76	0,93	23,53	1,54
19	1	0	0	1	Sisal	Brute	15	24	34,76	0,93	23,53	1,54
20	0	-1	0	-1	Jute	NaHCO ₃	15	4	46,71	1,76	37,90	1,73
21	0	0	-1	-1	Jute	Brute	10	4	25,20	1,56	22,61	1,46
22	1	1	0	0	Sisal	NaOH	15	12	22,03	1,32	12,22	1,36
23	0	-1	1	0	Jute	NaHCO ₃	20	12	59,07	2,01	62,45	1,98
24	-1	1	0	0	Lin	NaOH	15	12	36,42	1,49	28,50	1,34
25	0	1	-1	0	Jute	NaOH	10	12	45,42	1,55	16,99	1,67
26	0	-1	0	1	Jute	NaHCO ₃	15	24	53,34	2,09	42,79	1,72
27	0	1	0	-1	Jute	NaOH	15	4	55,57	1,54	40,84	1,64
28	1	0	-1	0	Sisal	Brute	10	12	26,63	0,93	16,34	1,36
29	0	0	1	-1	Jute	Brute	20	4	59,49	2,13	54,68	1,96

III.4 MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES EN TRACTION SIMPLE

III.4.1 Contrainte maximale en traction σ_t

a) Analyse de la variance de σ

L'analyse de la variance est appelée « ANalysis Of VAriance » dans la littérature anglo-saxonne; son appellation est couramment abrégée en ANOVA. « D'une façon générale, en matière de régression, le principe de l'analyse de la variance consiste à subdiviser la variation totale en une composante factorielle relative à l'équation de régression ou au modèle utilisé, et une composante résiduelle, la première devant être testée par rapport à la deuxième » [DRO 97]. Les composantes factorielles et résiduelles seront mathématiquement représentées par des carrés moyens, c'est à dire des variances. En définitive, l'intérêt de l'analyse de variance est de pouvoir tester de manière absolue l'influence des paramètres sur les variations d'une réponse donnée.

Tous les tableaux ANOVA relatifs aux paramètres technologiques étudiés montrent les degrés de liberté (ddl), la somme des carrés (SEC), les carrés moyens (MC), la probabilité (Prob.) et la contribution en pourcentage (Cont. %) de chaque variable et des différentes interactions. La valeur de F-value est obtenue en divisant le carré moyen (MC_{terme}) de chaque variable sur le carré moyen de l'erreur (CM_{erreur}). La valeur de F-value du tableau d'ANOVA est comparée avec la valeur de F-tableau. Cette dernière a été déterminée en fonction du taux de confiance ou la valeur de probabilité α (dans cette étude, $\alpha = 5\%$), le degré de liberté de l'erreur (ddl_{erreur} est le dénominateur) et le degré de liberté de la variable (ddl_{variable} est le numérateur). Le tableau des valeurs « F-tableau » ont été présentés dans l'annexe A3, où la valeur de F-tableau est 4,35. En résumé :

- Si F-value est inférieure à F-tableau, le paramètre est non significatif
- Si F-value est supérieure à F-tableau, le paramètre est significatif

En outre, si « Prob. » du modèle est très petit (inférieur à 0,05) alors les limites dans le modèle a un effet significatif sur la réponse [AOU 16].

L'analyse détaillée des valeurs de la contrainte maximale en traction σ_t (Tableau III.1) et des résultats obtenus (Tableau III.2) permettent de classer les quatre paramètres d'entrée (X_1 : type de fibre, X_2 : type de traitement chimique, X_3 : pourcentage de fibre et X_4 : durée de traitement) et leurs produits par ordre d'influence sur la contrainte maximale σ_t . L'analyse de la variance ANOVA, pour la contrainte maximale en traction (Tableau III.5), indique que le pourcentage de fibre ' X_3 ' est le principal paramètre ayant un impact sur la

contrainte maximale en traction σ_t . Sa contribution est de (74,46 et 76,33)% respectivement pour les deux résines utilisées (époxyde et polyester). Des résultats semblables ont été rapportés par Ratna Prasad et autres [PRA 11] lors des essais statiques (traction et flexion) des composites renforcés par des fibres en arca, sisal et bambou en utilisant la résine de polyester. Par contre, les autres paramètres (X_1 , X_2 et X_4) présentent un effet secondaire sur la contrainte principale à la rupture en traction et ce pour les deux résines testées. On note aussi que les produits ($X_1 \times X_1$), ($X_2 \times X_2$) et ($X_3 \times X_3$) ont un impact significatif sur la contrainte maximale en traction σ_t .

Tableau III.2 ANOVA pour la contrainte maximale en traction (σ_t)

Source	SCE	Ddl	CM	F-value	Prob.	Cont. %	Remarque
a) Résine époxyde							
Modèle	3822,65	8	477,83	12,27	< 0,0001		Significatif
X_1	32,95	1	32,95	0,8462	0,3686	0,90	Non significatif
X_2	1,15	1	1,15	0,0295	0,8653	0,03	–
X_3	2737,99	1	2737,99	70,32	< 0,0001	74,46	Significatif
X_4	5,16	1	5,16	0,1325	0,7197	0,14	Non significatif
$X_1 \times X_1$	338,8	1	338,80	8,70	0,0079	9,21	Significatif
$X_2 \times X_2$	321,98	1	321,98	8,27	0,0093	8,76	–
$X_3 \times X_3$	172,36	1	172,36	4,43	0,0482	4,69	–
$X_4 \times X_4$	66,93	1	66,93	1,72	0,2047	1,82	Non significatif
Erreur	778,75	20	38,94				
Total	4601,4	28				100	
b) Résine polyester							
Modèle	4835,41	8	604,43	35,73	< 0,0001		Significatif
X_1	99,86	1	99,86	5,90	0,0247	2,15	–
X_2	132,85	1	132,85	7,85	0,0110	2,85	–
X_3	3552,83	1	3552,83	210	< 0,0001	76,33	–
X_4	0,1198	1	0,1198	0,0071	0,9338	0,01	Non significatif
$X_1 \times X_1$	440,47	1	440,47	26,04	< 0,0001	9,47	Significatif
$X_2 \times X_2$	106,10	1	106,10	6,27	0,0210	2,28	–
$X_3 \times X_3$	292,09	1	292,09	17,26	0,0005	6,28	–
$X_4 \times X_4$	29,35	1	29,35	1,74	0,2027	0,63	Non significatif
Erreur	338,36	20	16,92				
Total	5173,77	28				100	

b) Analyse de régression de σ_t

L'analyse de régression de la contrainte maximale en traction (σ_t) en fonction des paramètres d'entrée en termes codés; ' X_1 ', ' X_2 ', ' X_3 ' et ' X_4 ' donne les équations du modèle quadratique pour les deux résines (III.4 et III.5) avec des coefficients de détermination suivants : $R^2_{\text{époxyde}} = 83,08 \%$ et $R^2_{\text{polyester}} = 93,46 \%$.

❖ **Résine époxyde**

$$\sigma_t = 36,92 - 1,66X_1 + 0,31X_2 + 15,11X_3 - 0,66X_4 - 7,23X_1 \times X_1 + 7,05X_2 \times X_2 + 5,15X_3 \times X_3 + 3,21X_4 \times X_4 \quad \text{III.4}$$

❖ **Résine polyester**

$$\sigma_t = 30,902.88X_1 - 3,33X_2 + 17,21X_3 - 0,10X_4 - 8,24X_1 \times X_1 + 4,04X_2 \times X_2 + 6,71X_3 \times X_3 + 2,13X_4 \times X_4 \quad \text{III.5}$$

c) Facteurs influents (Courbe de Pareto)

Pour mieux visionner les résultats de l'analyse des variances, un graphe de Pareto est construit (Fig. III.2). Cette figure classe les paramètres d'entrée et leurs produits suivant leur influence croissante sur la contrainte maximale à la rupture en traction σ_t pour les deux résines utilisées.

Les valeurs standardisées (F-value) de cette figure sont obtenues en divisant l'effet de chaque facteur par l'erreur sur la valeur estimée de la variable correspondante. Les valeurs standardisées supérieures la ligne rouge ($F_{\text{tableau}} = 4,35$, avec un intervalle de confiance choisi est 95%) présentes un effet significatif. Plus l'effet standardisé est élevé, plus le facteur présente une influence sur la contrainte maximale à la rupture en traction σ_t . Par contre, tous les paramètres et les produits ayant un niveau inférieur à cette limite sont négligeables et ne sont pas pris en compte.

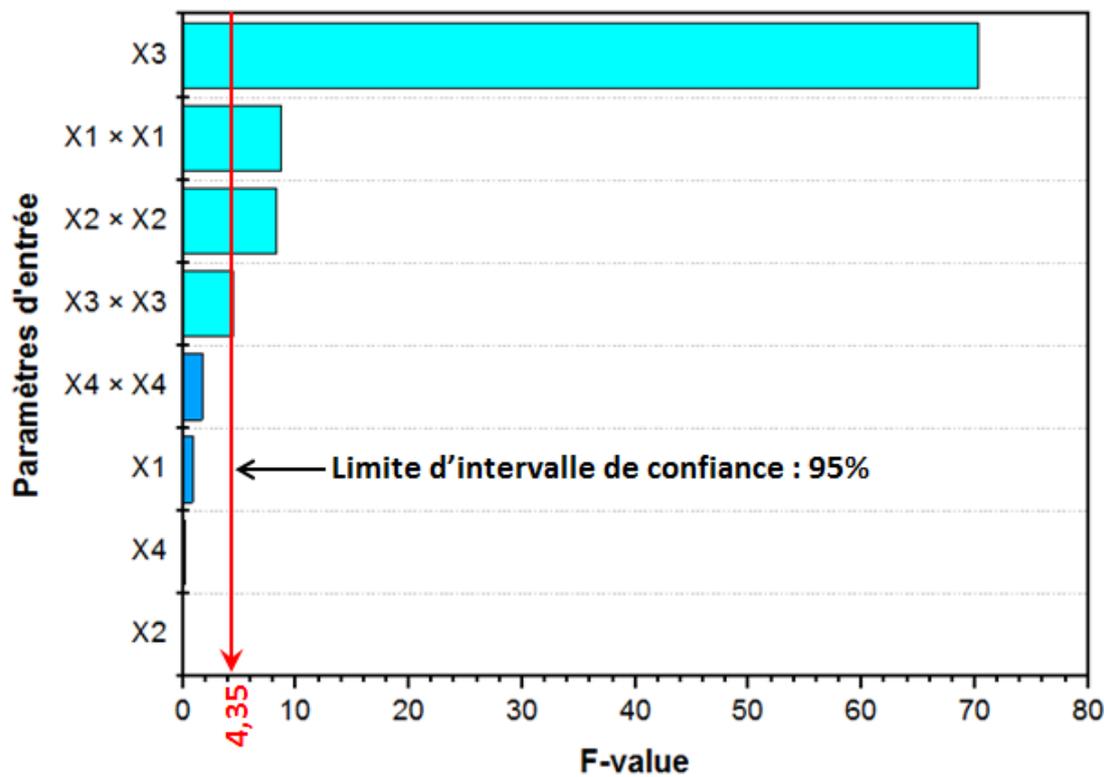
En introduisant seulement les paramètres qui ont un effet significatif, les modèles réduits de la contrainte maximale en traction (σ_t) en fonction des paramètres d'entrée donnent les équations (III.6 et III.7) avec des coefficients de détermination respectifs de ($R^2_{\text{époxyde}} = 81,62$ et $R^2_{\text{polyester}} = 92,89$) %.

❖ **Résine époxyde**

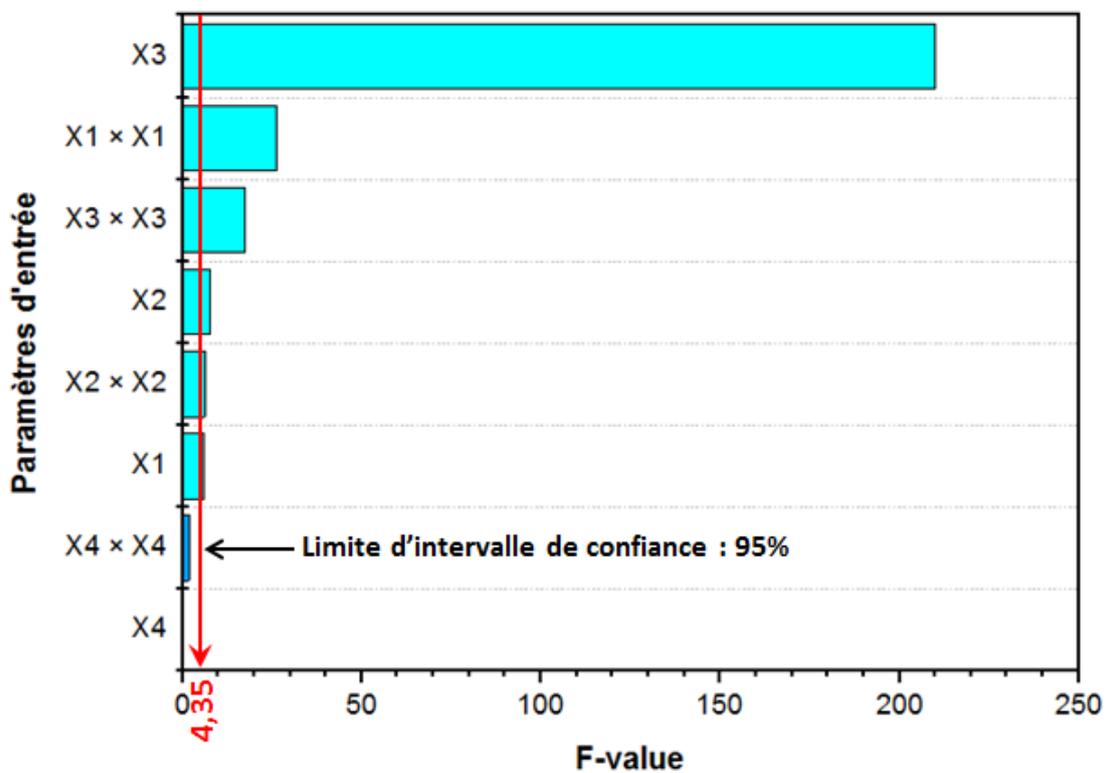
$$\sigma_t = 36,01 - 1,66X_1 + 0,31X_2 + 15,11X_3 - 0,66X_4 - 7,23X_1 \times X_1 + 6,44X_2 \times X_2 + 4,54X_3 \times X_3 \quad \text{III.6}$$

❖ **Résine polyester**

$$\sigma_t = 32,28 - 2,88X_1 - 3,33X_2 + 17,21X_3 - 0,10X_4 - 8,64X_1 \times X_1 + 3,64X_2 \times X_2 + 6,31X_3 \times X_3 \quad \text{III.7}$$



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

■ Significatif ■ Non significatif

Fig. III.2 Courbes de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur la contrainte maximale à la rupture en traction pour les deux résines utilisées (a) et (b)

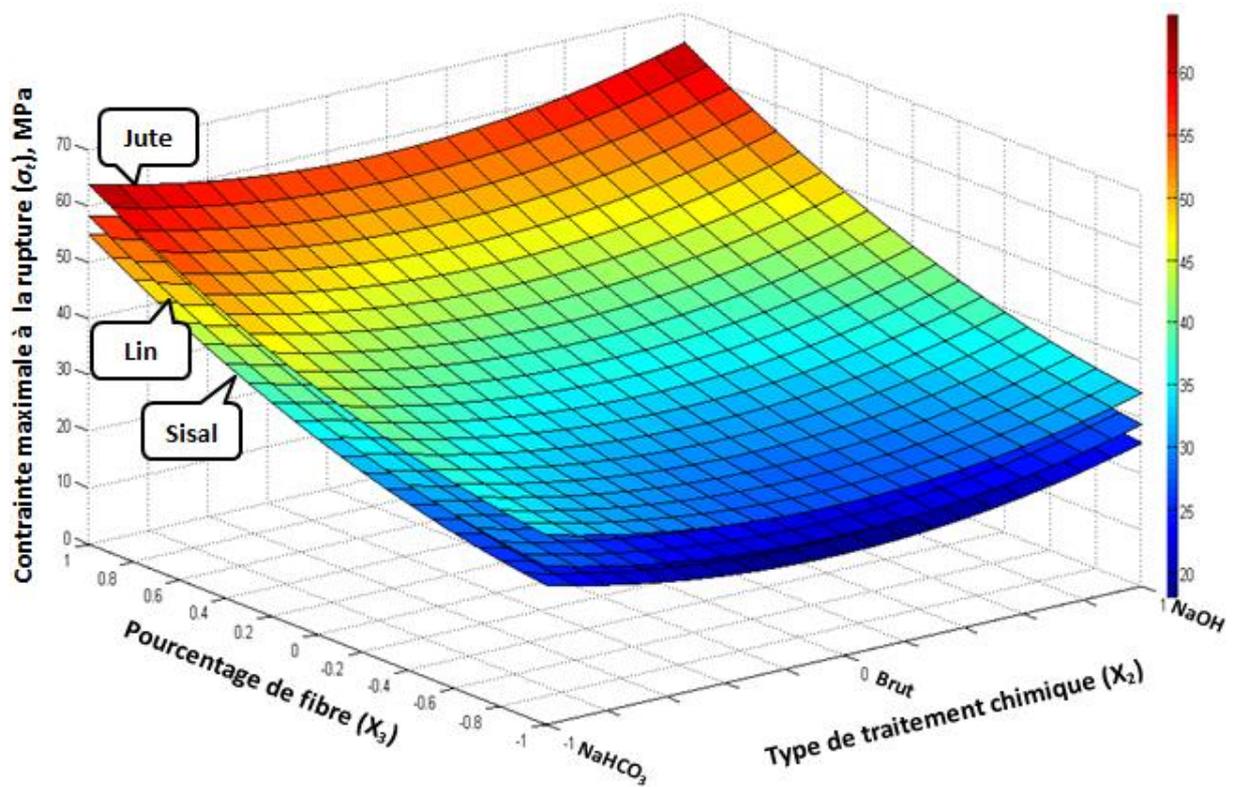
La figure III.3 montre la variation de la contrainte maximale à la rupture en traction (σ_t) en fonction du type de traitement chimique ' X_2 ' et le pourcentage de fibre ' X_3 ', pour les trois fibres testées ' X_1 ': lin, jute et sisal à ' X_4 ' égal le niveau moyen (12 heures).

En examinant l'allure des trois courbes, on enregistre une croissance très nette de la contrainte maximale à la rupture en traction avec l'augmentation du pourcentage de fibre ' X_3 ' et ce pour les trois composites testés et les deux résines utilisées (résine de époxyde ou polyester/fibre de jute, résine de époxyde ou polyester/fibre de lin et résine de époxyde ou polyester/fibre de sisal). Ceci est dû à l'augmentation de la rigidité du composite et par conséquent les efforts nécessaires à la déformation du composite augmentent. En pratique, les conséquences de l'influence du pourcentage de fibre ' X_3 ' sur la contrainte maximale à la rupture σ_t se traduit par l'augmentation du pourcentage de fibre de 10 à 20 wt. %, et fait accroître aussi les trois contraintes maximales à la rupture σ_{jute} , σ_{lin} et σ_{sisal} respectivement de (89,67; 107,43 et 121,80) %.

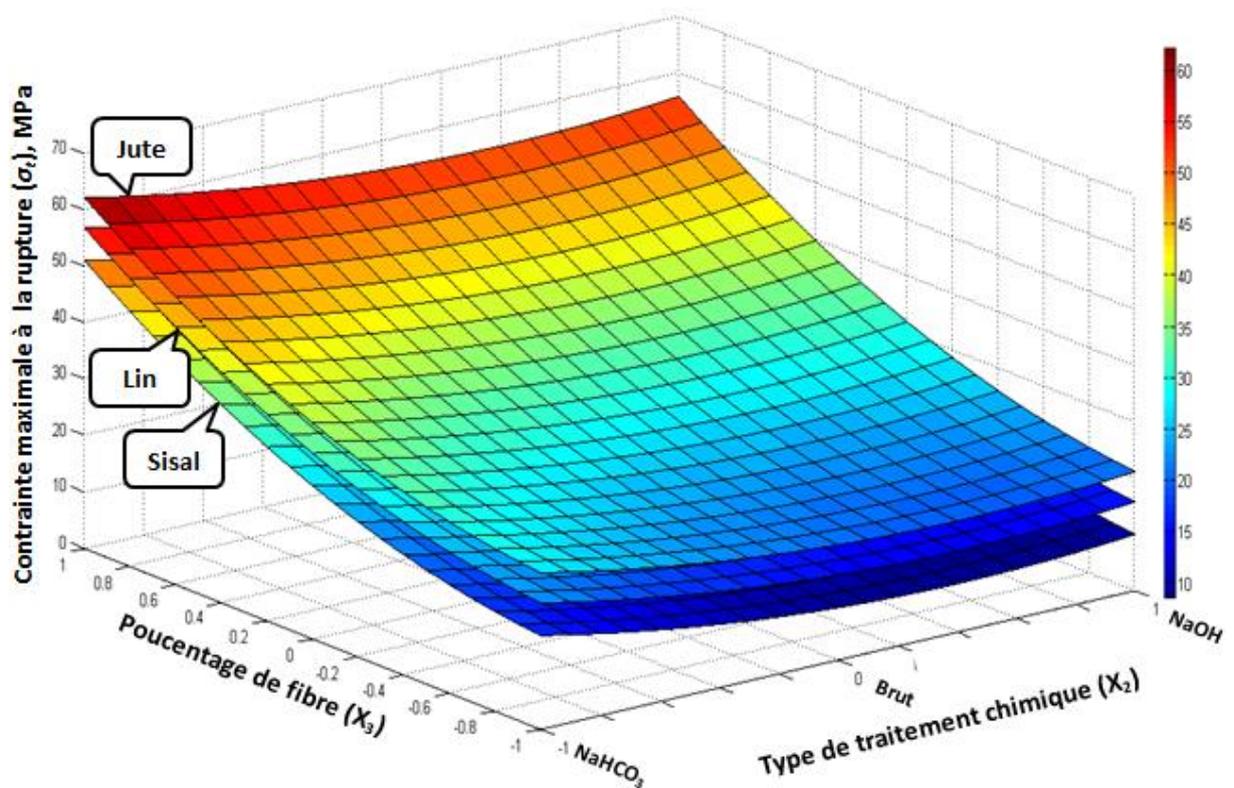
En plus, le suivi de l'évolution de la contrainte maximale à la rupture σ_t en fonction du type de traitement chimique ' X_2 ', montre que ce paramètre a un effet faible par rapport à celui du pourcentage de fibre. Il ressort que l'augmentation du type de traitement chimique ' X_2 ', conduit à un changement des contraintes maximales, pour les trois composites testés en fonction de type de préparation de fibre (fibre traité et non traité). À cet effet, on distingue deux zones d'évolution différentes:

- zone I : X_2 [brute (0) et NaHCO_3 (-1)] : est caractérisée par une légère augmentation de la contrainte maximale pour les trois composites testés. Pour un pourcentage de fibre de 15 % et lorsque le type de traitement chimique ' X_2 ' varie de 0 et -1, les contraintes maximales à la rupture augmentent de : $\sigma_{\text{lin}} = 21,50$ %, $\sigma_{\text{jute}} = 18,26$ % et $\sigma_{\text{sisal}} = 24,05$ %.
- zone II : X_2 [brute (0) et NaOH (+1)] : est caractérisée aussi par une légère augmentation de la contrainte maximale pour les trois composites testés. Alors que la variation de X_2 [brute (0) et NaOH (+1)] fait passer les contraintes maximales de : [$\sigma_{\text{lin}} = 31,35$ à $38,71$]; ($\sigma_{\text{jute}} = 36,92$ à $44,28$) et $\sigma_{\text{sisal}} = 28,03$ à $35,39$] MPa. Cette augmentation ne représente que (23,47; 19,93 et 26,26) %.

En général, on remarque que les valeurs de σ_t des bio-composites renforcés par des fibres de jute traité par NaHCO_3 ou par NaOH sont fortement supérieures à celles des autres bio composites et ce pour les deux résines. En effet, le jute de fibre possède des propriétés élevées (cf. chapitre II) comparativement aux deux autres fibres (lin et sisal).



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

Fig. III.3 Diagramme 3D de surface pour la contrainte maximale à la rupture en traction (σ_t) en fonction des paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures

d) comportement uni factoriel de la contrainte maximale

La figure III.4 illustre l'effet de perturbation pour la contrainte maximale à la rupture en traction (σ_t) en fonction des paramètres d'entrée pour les deux résines utilisées. Les courbes sont représentées par les différents paramètres tels que ; le type de fibres ' X_1 ', le type de traitement chimique ' X_2 ', le pourcentage de fibre ' X_3 ' et la durée du traitement ' X_4 '. L'analyse des résultats montre qu'une augmentation de ' X_3 ' conduit à une forte perturbation positive de la contrainte maximale et ce pour les deux résines utilisées. Pour une ' X_3 ' allant de (10 à 20) %, on enregistre des contraintes qui varient de 26,63 à 59,07 MPa pour la résine époxyde et de 22,62 à 54,68 MPa pour la résine polyester. Ces variations correspondent aux augmentations de (121,82 et 141,74) %. Ces augmentations sont considérables, ce qui confirme que le pourcentage de fibre ' X_3 ' a un impact énorme sur la contrainte maximale à la rupture en traction (σ_t). Par ailleurs, le changement de type de fibre ' X_1 ' présente une forte perturbation de la contrainte maximale d'un bio-composite. Des résultats similaires ont été présentés par Rao et autres [RAO 10]. Par contre, l'influence des autres paramètres présente une faible perturbation de la contrainte maximale.

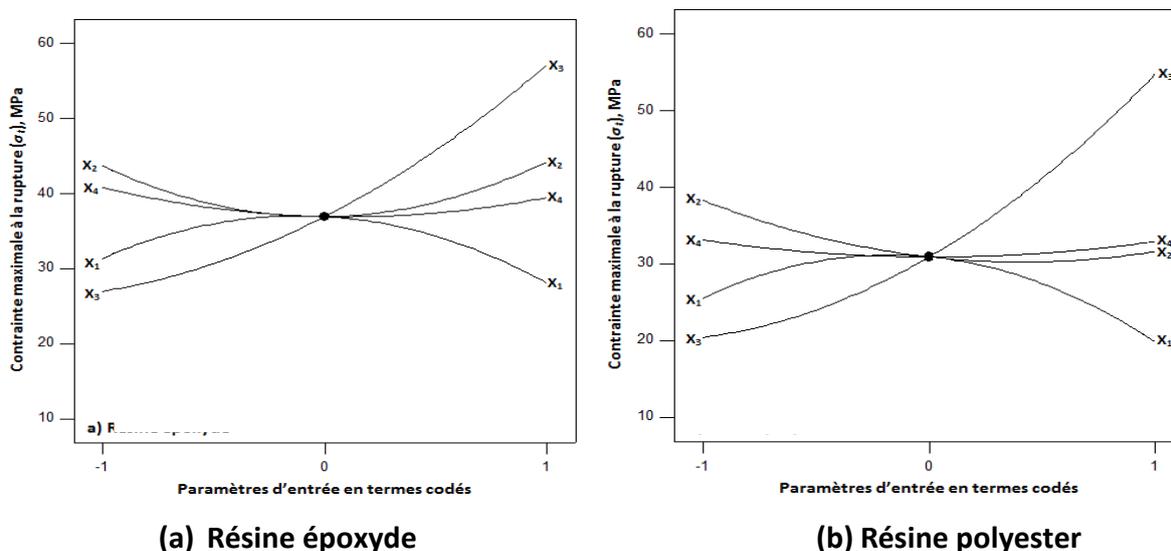


Fig. III.4 Courbes des effets principaux sur la contrainte maximale à la rupture en traction pour les deux résines utilisées **(a)** résine époxyde et **(b)** résine polyester

III.4.2 Module d'élasticité en traction E_t

a) Analyse de la variance de E_t

Le tableau III.3 expose les résultats de l'analyse de variance ANOVA pour le module d'élasticité en traction (E_t). L'analyse des résultats du "F-value" indiquent clairement que le pourcentage de la fibre ' X_3 ' vient en première position avec une contribution de (45,78 et

48,99) % respectivement pour les deux résines utilisées (époxyde et polyester). Ceci est dû à l'augmentation de la rigidité de bio composite et donc les contraintes nécessaires à la déformation de bio composite augmentent. Des résultats similaires ont été rapportés par Rao et autres [RAO 10]. Ils ont constaté que le pourcentage de la fibre présente un effet significatif sur les propriétés mécaniques (contrainte maximale à la rupture et module d'élasticité) des composites renforcés par les fibres d'areca, sisal, bambou et de bananier lors des essais statiques (traction simple et flexion trois points). Le type de fibre 'X₂' vient en deuxième position avec une contribution de (7,50 et 12,35) % respectivement pour les résines (époxyde et polyester). Le type de traitement chimique 'X₂' vient en troisième position avec un impact de (0,72 et 8,17)% respectivement pour les résines (époxyde et polyester). La durée de traitement 'X₄' vient en quatrième position, avec une contribution de (0,04 et 0,02) % respectivement pour (époxyde et polyester). Le produit X₁ × X₁ a un effet marqué sur E_t avec une contribution de (34,35 et 14,85) % respectivement pour (époxyde et polyester).

Tableau III.3 ANOVA pour le module d'élasticité en traction (E_t)

Source	SCE	ddl	CM	F-value	Prob.	Cont. %	Remarque
a) Résine époxyde							
Modèle	2,90	8	0,3629	10,15	< 0,0001		Significatif
X ₁	0,1965	1	0,1965	5,49	0,0295	7,50	–
X ₂	0,019	1	0,019	0,5327	0,4739	0,72	Non significatif
X ₃	1,20	1	1,20	33,61	< 0,0001	45,78	Significatif
X ₄	0,0011	1	0,0011	0,0313	0,8615	0,04	Non significatif
X ₁ × X ₁	0,9005	1	0,9005	25,18	< 0,0001	34,35	Significatif
X ₂ × X ₂	0,1748	1	0,1748	4,89	0,0388	6,67	–
X ₃ × X ₃	0,1146	1	0,1146	3,20	0,0886	4,37	Non significatif
X ₄ × X ₄	0,0148	1	0,0148	0,4144	0,5271	0,56	–
Erreur	0,7151	20	0,0358				
Total	3,62	28				100	
b) Résine polyester							
Modèle	1,36	8	0,1695	7,37	0,0001		Significatif
X ₁	0,158	1	0,158	6,87	0,0163	12,35	–
X ₂	0,1045	1	0,1045	4,54	0,0456	8,17	–
X ₃	0,6265	1	0,6265	27,25	< 0,0001	48,99	–
X ₄	0,0002	1	0,0002	0,0072	0,933	0,02	Non significatif
X ₁ × X ₁	0,1899	1	0,1899	8,26	0,0094	14,85	Significatif
X ₂ × X ₂	0,072	1	0,072	3,13	0,092	5,63	Non significatif
X ₃ × X ₃	0,1056	1	0,1056	4,59	0,0446	8,26	Significatif
X ₄ × X ₄	0,0222	1	0,0222	0,9672	0,3371	1,74	Non significatif
Erreur	0,4599	20	0,023				
Total	1,82	28				100	

b) Analyse de régression de E_t

L'analyse de régression du module d'élasticité en traction (E_t) en fonction des paramètres d'entrée en termes codés; ' X_1 ', ' X_2 ', ' X_3 ' et ' X_4 ' donne les équations (III.8 et III.9) du modèle quadratique complet pour les deux résines avec des coefficients de détermination suivants : $R^2_{\text{époxyde}} = 80,16 \%$ et $R^2_{\text{polyester}} = 74,82 \%$.

❖ Résine époxyde

$$E_t = 1,53 - 0,128X_1 - 0,04X_2 + 0,32X_3 + 0,01X_4 - 0,37X_1 \times X_1 + 0,16X_2 \times X_2 + 0,13X_3 \times X_3 + 0,05X_4 \times X_4 \quad \text{III.8}$$

❖ Résine polyester

$$E_t = 1,5 + 0,12X_1 - 0,09X_2 + 0,23X_3 + 0,004X_4 - 0,17X_1 \times X_1 + 0,11X_2 \times X_2 + 0,13X_3 \times X_3 + 0,06X_4 \times X_4 \quad \text{III.9}$$

c) Facteurs influents (courbe de Pareto)

La courbe de Pareto (Fig. III.5) montre les points suivants :

- ✓ le pourcentage de fibre présente un effet énorme sur le module d'élasticité en traction ;
- ✓ le type de fibre ' X_1 ' présente un effet sur le module d'élasticité en traction ;
- ✓ les deux autres paramètres ; le type de traitement chimique ' X_2 ' et la durée du traitement ' X_4 ' présentent un effet secondaire sur E_t ;
- ✓ les produits ($X_1 \times X_1$ et $X_2 \times X_2$) ont un effet remarquable sur E_t . Mais les autres ($X_3 \times X_3$ et $X_4 \times X_4$) n'influencent pas le module d'élasticité E_t .

À partir de ces deux points, on peut conclure que le modèle de régression qui prédit le module d'élasticité en traction (E_t) en fonction des paramètres d'entrée, est déterminé seulement avec les paramètres qui ont un effet significatif.

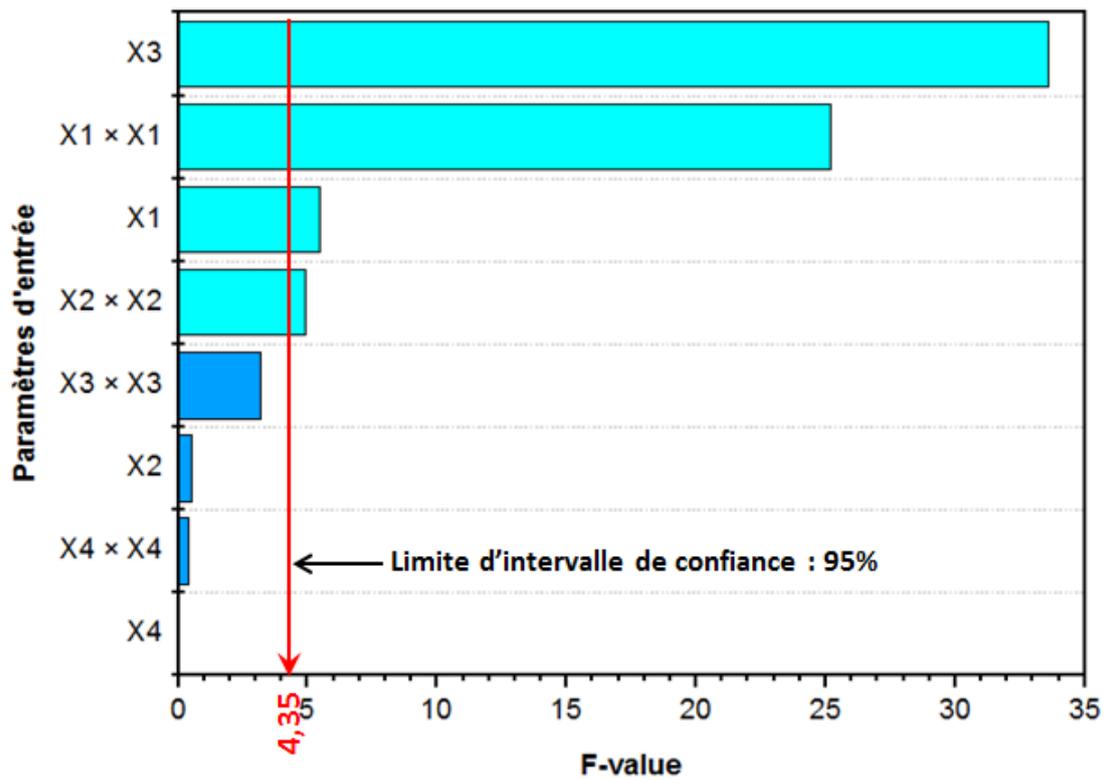
En introduisant uniquement les paramètres qui ont un effet significatif, les modèles réduits du module d'élasticité en traction (E_t) en fonction des paramètres d'entrée donnent les équations (III.10 et III.11) avec des coefficients de détermination respectifs de ($R^2_{\text{époxyde}} = 76,98$ et $R^2_{\text{polyester}} = 68,42$) %.

❖ Résine époxyde

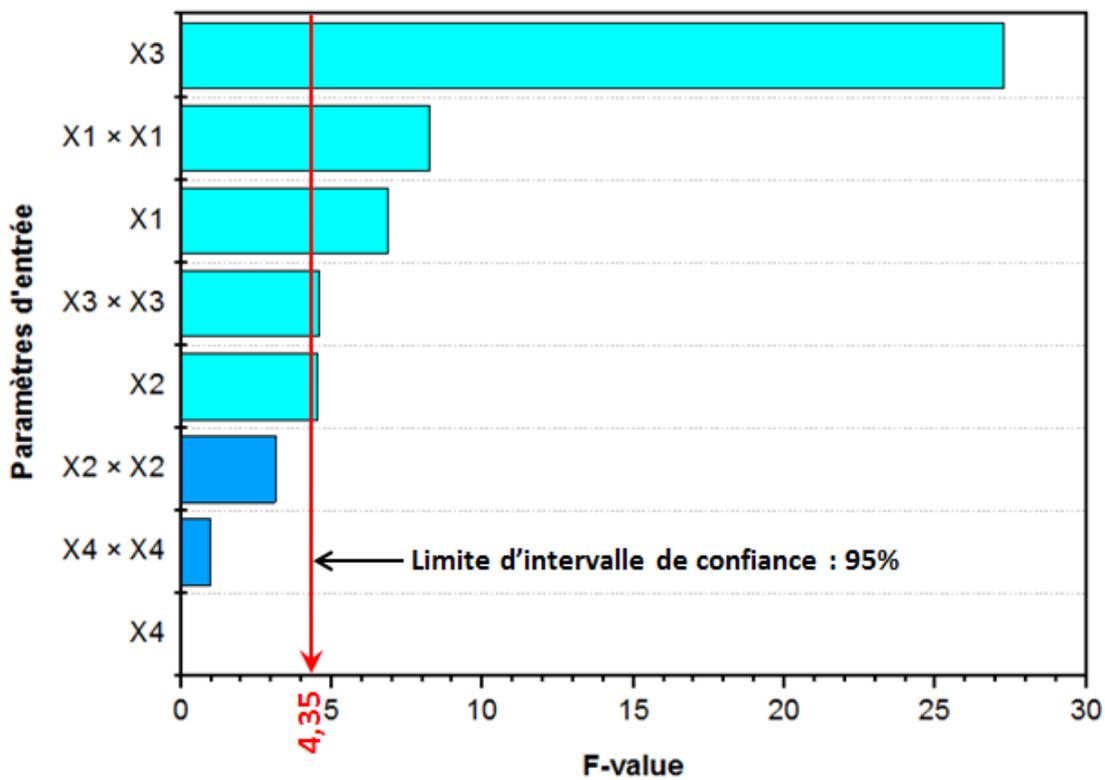
$$E_t = 1,62 + 0,13X_1 + 0,04X_2 + 0,32X_3 + 0,01X_4 - 0,40X_1 \times X_1 + 0,14X_2 \times X_2 \quad \text{III.10}$$

❖ Résine polyester

$$E_t = 1,6 + 0,12X_1 - 0,1X_2 + 0,23X_3 + 0,004X_4 - 0,20X_1 \times X_1 + 0,07X_2 \times X_2 \quad \text{III.11}$$



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

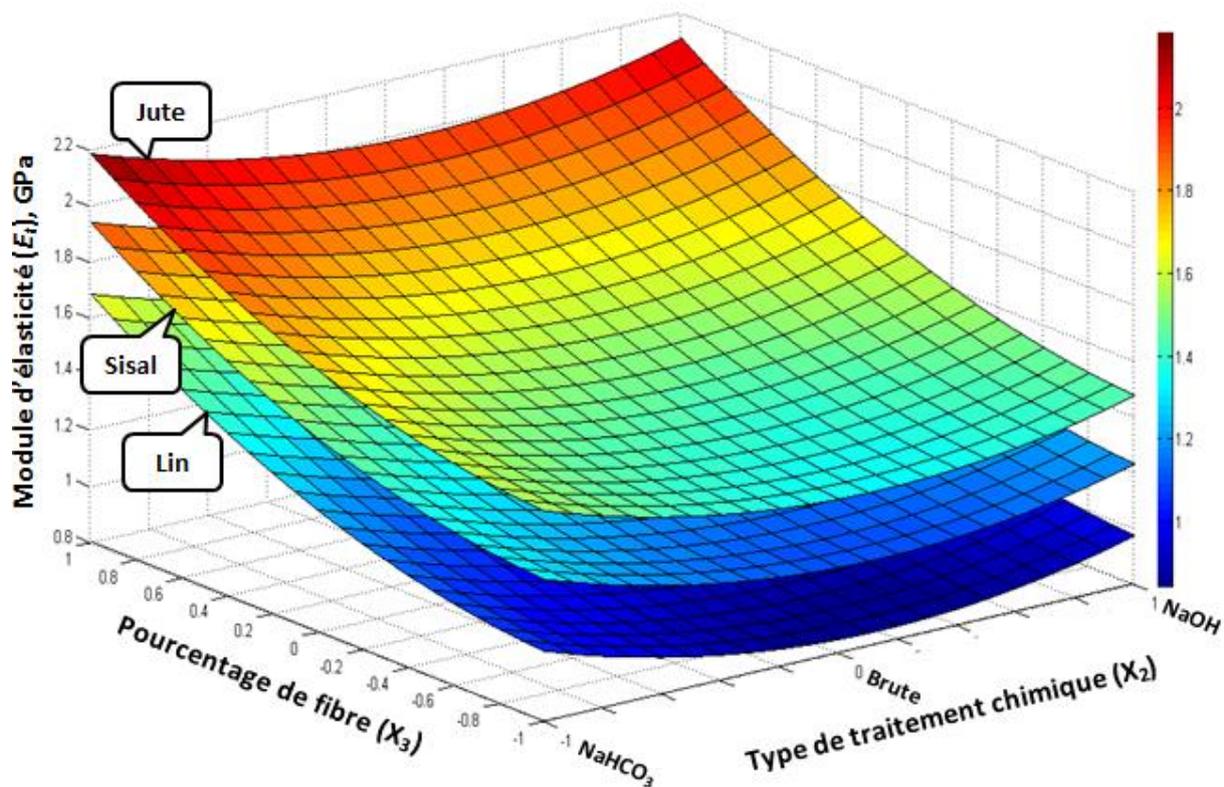
Significatif Non significatif

Fig. III.5 Courbes de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur le module d'élasticité en traction pour les deux résines utilisées (a) et (b)

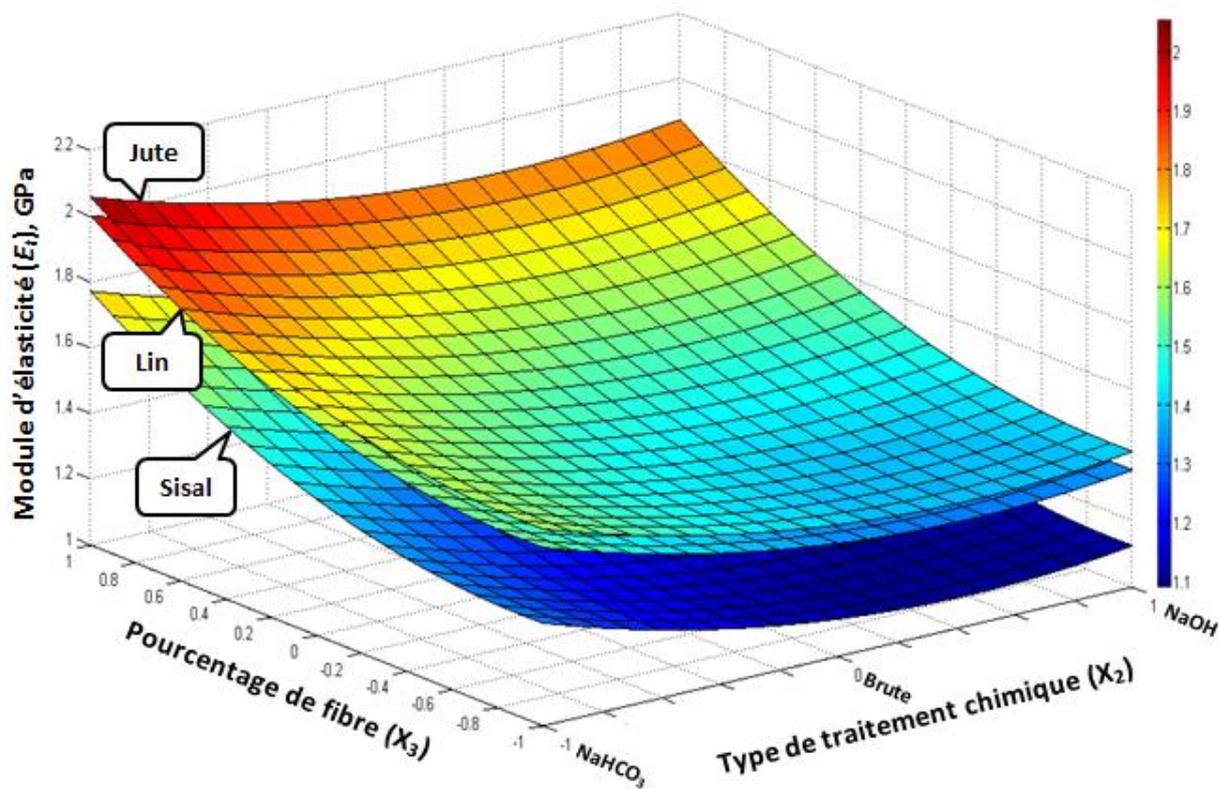
La figure III.6 montre la variation du module d'élasticité (E_t) en fonction du type de traitement chimique ' X_2 ' et le pourcentage de fibre ' X_3 ', pour les trois fibres testées ' X_1 ': jute, lin et sisal à ' X_4 ' égal le niveau moyen (12 heures).

L'examen de l'allure des trois courbes, montre une croissance très nette du module d'élasticité en traction (E_t) avec l'augmentation du pourcentage de fibre ' X_3 ' pour les deux résines utilisées. L'augmentation du pourcentage de la fibre engendre une croissance de la densité de bio-composite et une diminution des zones vides entre la fibre et la résine conduisant à une augmentation de la rigidité de composite. Par conséquent, ce phénomène nécessite des contraintes à la rupture élevées [ZAR 03]. Des résultats similaires ont été rapportés par Ben Brahim et Ben Cheikh [BEN 07] ; où on constate que le pourcentage de fibre présente un effet significatif sur les propriétés mécaniques (le module longitudinal et la contrainte longitudinale) de composites unidirectionnels alfa-polyester testé en traction simple. En pratique, les conséquences de l'influence du pourcentage (de 10 à 20 wt. %) de fibre ' X_3 ' sur le module d'élasticité en traction (E_t) entraîne une augmentation des trois modules d'Young E_{jute} , E_{lin} et E_{sisal} pour les deux résines (époxyde et polyester) respectivement de [(40,83; 60,30 et 48,48) et (28,60; 29,65 et 28,60)] % avec un traitement par NaCHO_3 .

D'autre part, le suivi de l'évolution du module d'Young en traction en fonction du type de traitement chimique ' X_2 ', montre que ce dernier a un effet sur E_t . Il ressort donc que l'augmentation du type de traitement chimique ' X_2 ', conduit à une diminution puis une augmentation des modules d'élasticité (E_t) pour les trois bio-composites testés en fonction du type de préparation de fibre (fibre traité et non traité). À cet effet, on distingue que les meilleures valeurs des modules d'élasticité des bio-composites ont été obtenues lorsque les fibres sont traitées par NaOH /ou NaCHO_3 . Après traitement, la surface de la fibre devient rugueuse et améliore donc l'adhésion à l'interface fibre-matrice. Similaire, Saha et autres [SAH 10] ont montré qu'un traitement alcalin (6% NaOH) durant 2 h augmente de 65 % la résistance à la traction des fibres de lin. En revanche, les faibles valeurs des modules d'élasticité des bio-composites sont obtenues pour leur niveau moyen (c à d les fibres non traitées). En général, on remarque que les valeurs du module d'élasticité (E_t) de bio-composite renforcé par la fibre de jute, lorsqu'elles sont traitées par le bicarbonate NaCHO_3 , sont plus élevés que celles des autres bio-composites renforcés par sisal et lin et ce pour les deux résines utilisées.



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

Fig. III.6 Diagramme 3D de surface pour le module d'élasticité en traction (E_t) en fonction des paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures

d) comportement uni factoriel du module d'élasticité en traction

La figure III.7 illustre l'effet de perturbation, pour le module d'élasticité en traction (E_t), en fonction des paramètres d'entrée pour les deux résines utilisées. On remarque, que la variation de ' X_1 ' et ' X_3 ' conduit à une forte perturbation du module d'élasticité (E_t). Cette dernière est de sens positif pour le module d'élasticité en traction. Par contre, la variation de ' X_2 ' et ' X_4 ' entraîne une faible variation du module d'Young en traction (E_t). En pratique, les conséquences de l'influence de la durée du traitement, sur le module d'élasticité, pour les deux résines utilisées (époxyde et polyester) engendre l'augmentation du temps traitement de 4 à 24 heures, et fait accroître les modules d'élasticité $E_{\text{époxyde}}$ et $E_{\text{polyester}}$ respectivement de (1,27 et 0,65) %.

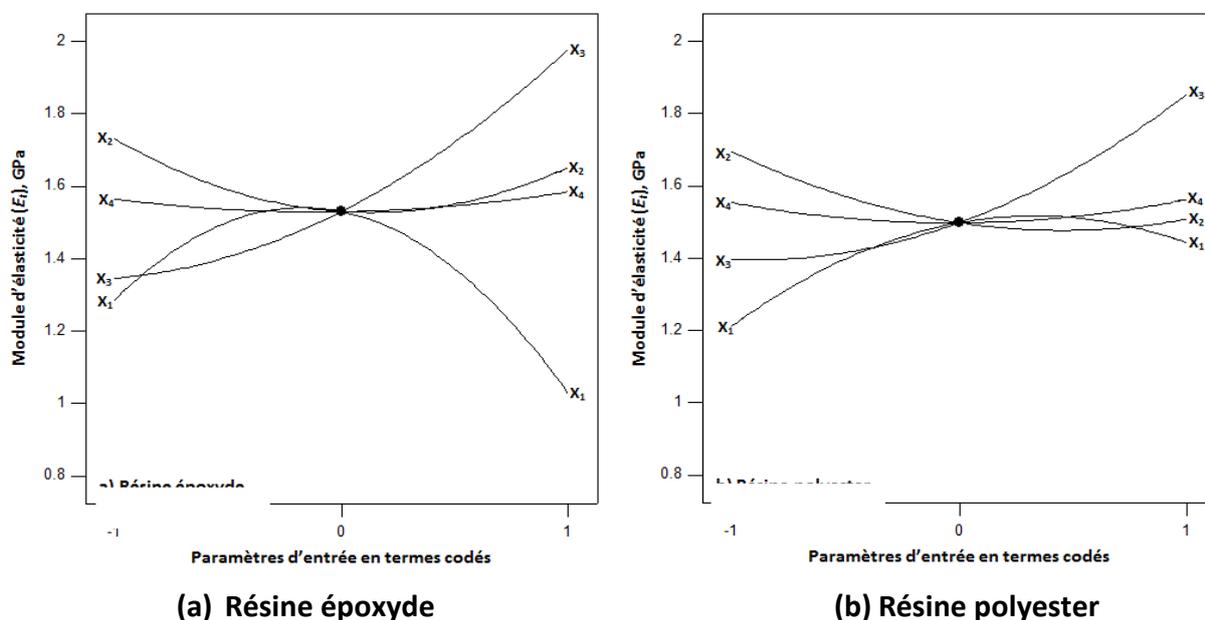


Fig. III.7 Courbes des effets principaux sur le module d'élasticité en traction E_t pour les deux résines utilisées (a) et (b)

III.4.3 Comparaison entre les valeurs expérimentales et estimées en traction

Les valeurs des coefficients de détermination ($R^2_{\text{époxyde}}$ et $R^2_{\text{polyester}}$), pour les modèles mathématiques des paramètres technologiques (σ_t et E_t), en traction simple pour les deux résines utilisées sont égales à [$(R^2_{\text{époxyde}} = 0,8308$ et $R^2_{\text{polyester}} = 0,9346)$ et ($R^2_{\text{époxyde}} = 0,8162$ et $R^2_{\text{polyester}} = 0,9289$)] respectivement. On constate que les valeurs des coefficients de détermination R^2 sont très proches à l'unité ; cela signifie que le modèle mathématique utilisé (quadratique) a une très bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les valeurs estimées. La comparaison des valeurs expérimentales des paramètres technologiques (σ_t et E_t) avec celles estimées par les modèles mathématiques obtenus, par

la méthodologie de surface de réponse (MSR), est représentée graphiquement (fig. III.6). L'analyse des résultats confirme que les valeurs expérimentales et les valeurs estimées sont très proches.

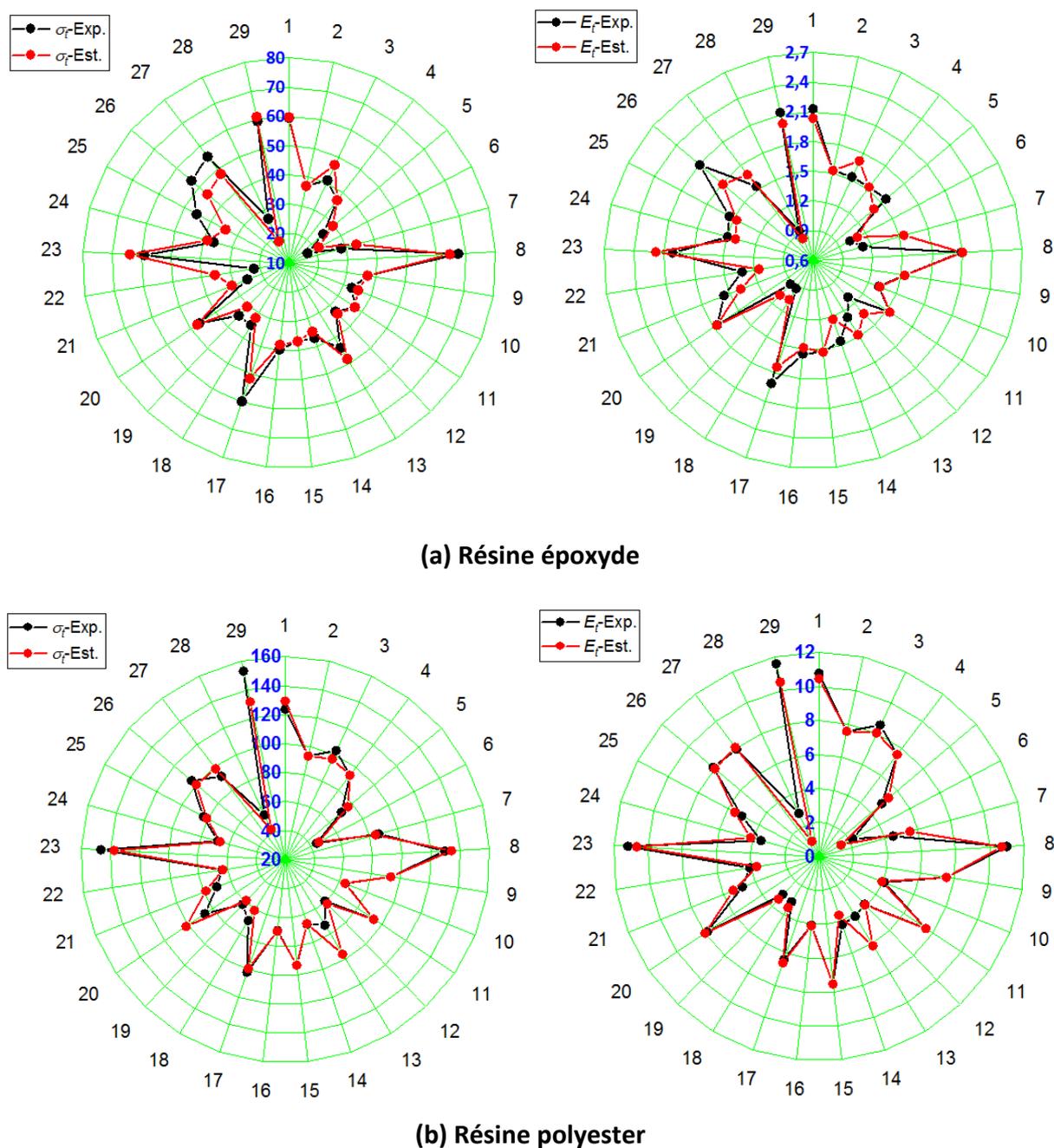


Fig. III.8 Courbes comparatives des valeurs expérimentales et estimées des paramètres technologiques en traction simple pour les deux résines **(a)** et **(b)**

III.4.4 Optimisation des paramètres d'entrée en traction simple

L'optimisation des réponses multiples est une méthode permettant un compromis entre diverses réponses. En effet, grâce à la fonction de désirabilité, qui permet de rassembler des critères, ayant des unités différentes, par le biais de la fonction de

désirabilité élémentaire qui varie entre 0 et 1. Une désirabilité de 0 signifie une désirabilité élémentaire qui prend la valeur 0. Elle représente une configuration inacceptable, pour la réponse sélectionnée. Par contre, une désirabilité qui prend la valeur 1 représente le cas idéal. La fonction objective de cette optimisation consiste à la maximisation simultanée de plusieurs réponses (σ_t et E_t) illustrées par le système détaillé plus haut. Cette étude permet de déterminer les conditions optimales qui interviennent lors des préparations d'un bio composite en fonction de l'importance des critères de sélection définies.

Pour résoudre ce type de problème de la conception des paramètres, une fonction objective, $F(x)$, est définie [MYE 02]:

$$DF = \left(\prod_{i=1}^n d_i^{w_i} \right)^{\frac{1}{\sum_{j=1}^n w_j}} \quad \text{III.12}$$

$$F(x) = -DF$$

Où d_i est la désirabilité définie pour la sortie ciblée et w_i est la fonction de pondération de d_i .

Pour plusieurs objectifs de chaque sortie ciblée, la désirabilité d_i est définie sous différentes formes. Si l'objectif est d'atteindre une valeur spécifique de T_i , la désirabilité d_i est :

$$d_i = 0 \quad \text{Si } Y_i \leq \text{Inf}_j$$

$$d_i = \left[\frac{Y_i - \text{Inf}_j}{T_i - \text{Inf}_j} \right] \quad \text{Si } \text{Inf}_j \leq Y_i \leq T_i \quad \text{III.13}$$

$$d_i = \left[\frac{Y_i - \text{Sup}_j}{T_i - \text{Sup}_j} \right] \quad \text{Si } T_i \leq Y_i \leq \text{Sup}_j \quad \text{III.14}$$

$$d_i = 0 \quad \text{Si } Y_i \geq \text{Sup}_j$$

Pour un objectif de trouver un maximum, la désirabilité est donnée comme suit :

$$d_i = 0 \quad \text{Si } Y_i \geq \text{Inf}_j$$

$$d_i = \left[\frac{Y_i - \text{Inf}_j}{\text{Sup}_j - \text{Inf}_j} \right] \quad \text{Si } \text{Inf}_j \leq Y_i \leq \text{Sup}_j \quad \text{III.15}$$

$$d_i = 1 \quad \text{Si } Y_i \geq \text{Sup}_j$$

Pour un objectif de rechercher un minimum, la désirabilité peut être définie par les formules suivantes :

$$d_i = 1 \text{ Si } Y_j \leq \text{Inf}_j$$

$$d_i = \left[\frac{\text{Sup}_j - Y_j}{\text{Sup}_j - \text{Inf}_j} \right] \text{ Si } \text{Inf}_j \leq Y_j \leq \text{Sup}_j \quad \text{III.16}$$

$$d_i = 0 \text{ Si } Y_j \geq \text{Sup}_j$$

L'objectif de cette étape est de réunir les conditions optimales pour maximiser la contrainte maximale et le module d'élasticité pendant une traction simple. Le tableau III.4 présente les conditions d'optimisations des paramètres d'entrée lors de la traction simple d'un bio-composite avec les deux résines utilisées.

Le tableau III.15 donne les résultats de l'optimisation par MSR de la contrainte maximale à la rupture (σ_t) et le module d'élasticité (E_t) pour les deux résines utilisées. Les paramètres d'entrée optimaux obtenus en termes codés sont : le type de fibre 'X₁' de (-0,33 à -0,26), le type de traitement chimique 'X₂' de ≈ -1 , le pourcentage de fibre 'X₃' de +1 et la durée de traitement 'X₄' de $\approx (-1 \text{ à } -0,93)$.

Tableau III.4 Conditions d'optimisation utilisées en traction

Conditions	Objectifs	Limite inférieure		Limite supérieure	
		Résine époxyde	Résine polyester	Résine époxyde	Résine polyester
X ₁ : type de fibres	Gamme	-1		1	
X ₂ : type de traitement chimique	Gamme	-1		1	
X ₃ : pourcentage de fibre	Gamme	-1		1	
X ₄ : durée du traitement	Gamme	-1		1	
Y ₁ : contraintes maximales à la rupture en traction (σ_t), MPa	Maximisé	17,07	12,22	67,41	62,45
Y ₂ : Module d'élasticité en traction (E_t), MPa	Maximisé	0,93	0,76	2,13	1,98

Tableau III.5 Optimisation par MSR des paramètres technologiques (σ_t et E_t) en traction

N°	Paramètres d'entrée				Paramètres technologiques		Désirabilité individuelle
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	σ_t , MPa	E_t , MPa	
a) Résine époxyde							
1	-0,28	-1	+1	-0,97	67,45	2,22	1
2	-0,33	-0,99	+1	-1	67,42	2,22	1
b) Résine polyester							
1	-0,26	-0,97	+0,99	-0,94	63,82	2,05	1
2	-0,26	-0,95	+0,99	-0,93	63,59	2,04	1

Pour convertir les valeurs codées des paramètres d'entrée optimaux obtenus, par la méthode MSR, on applique la règle du mélange de trois points. La figure III.9 illustre cette démarche. Les conditions optimales réelles des paramètres d'entrée, pour les deux résines, sont regroupées dans le tableau III.6.

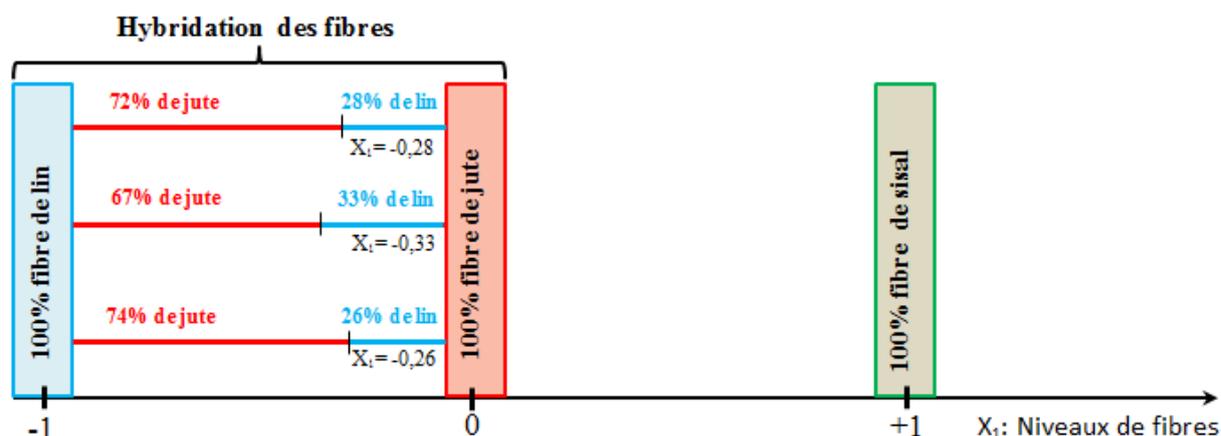


Fig. III.9 Méthode de détermination du pourcentage des fibres en valeurs réelles

Tableau III.6 Valeurs optimales réelles des paramètres d'entrée

N°	Valeurs codifiées				Valeurs réelles			
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Type de fibres	Type de traitement chimique	Pourcentage de fibre	Durée de traitement
a) Résine époxyde								
1	-0,28	-1	+1	-0,97	72% de jute et 28% de lin	NaHCO ₃	20	4h14
2	-0,33			-0,33	67% de jute et 33% de lin			4h00
b) Résine polyester								
1	-0,26	-1	+0,99	-0,94	74% de jute et 26% de lin	NaHCO ₃	19,80	4h28
2				-0,93				4h33

III.4.5 Méthodes de fabrication des composites hybrides

Dans cette partie, les composites hybrides sont fabriqués par la technique du moulage au contact à basse pression. Les composites ont été fabriqués à l'aide d'un moule en bois lisse de dimension 300 × 30 × 5 mm. Quatre cales, de 5 mm, en verre fixées autour du moule ont été utilisées, pour maintenir les épaisseurs des éprouvettes. Premièrement, les moules sont nettoyés, séchés et étalés par une couche de cire afin de faciliter le démoulage des éprouvettes. Deuxièmement, les fibres de jute et de lin non traitées ont été pesées, ensachées et formulées, selon les différentes configurations indiquées dans le tableau III.7. En outre, les fibres ont été traitées avec le bicarbonate de sodium NaHCO₃ durant des

périodes variables de 4 à 4,33 heures. Ensuite, les fibres ont été mélangées avec la résine (époxyde ou polyester) pour fabriquer les bio-composites. Puis, une pression uniforme de 5 Pa a été appliquée sur les plaques de moules, pendant une heure à température ambiante (jusqu'à la polymérisation de la résine). La dépression créée par la pompe à vide permet d'exercer une force de compression sur la plaque, pour la densifier et dégager les bulles d'air.

Tableau III.7 Désignations et configurations des éprouvettes de bio-composites

N°	Code	Composites	Fraction volumique de la fibre		Pourcentage de la résine (%)	Durée de traitement (h)
			Pourcentage de fibre de jute (%)	Pourcentage de fibre de lin (%)		
a) Résine époxyde						
1	HCE1	Composite hybride	14,40	5,60	80	4h14
2	HCE1	Composite hybride	13,40	6,60		4h00
b) Résine polyester						
1	HCP1	Composite hybride	14,65	5,15	80,20	4h28
2	HCP1	Composite hybride				4h33

Pour polymériser totalement la résine, les éprouvettes stratifiées sont laissées à l'air libre, pendant 5 à 10 jours. Quatre éprouvettes identiques ont été préparées, pour chaque configuration, et testées à une vitesse de 2mm/min. Les tests ont été effectués à température ambiante (environ de 24°C) avec un taux d'humidité de l'ordre de 60 %.

Les résultats des essais de traction, sur les différentes configurations de bio-composites hybrides, sont illustrés par les courbes (Fig. III.10). L'allure des courbes contraintes-déformation comprend une partie linéaire. Cette dernière représente le comportement élastique des bio-composites hybrides, où la charge augmente considérablement pour de faibles déformations. De plus, un décrochement est observé dans la zone élastique, aux alentours de 0,035 % en déformation relative. Cette observation peut être expliquée par les micro-fissures créées lors du chargement des fibres les moins rigides (fibre de lin). Contrairement à la seconde partie (au-delà de décrochement) où les déformations sont importantes à faibles charges. Ces phénomènes montrent que la dégradation des propriétés mécaniques (module de Young) est due aux ruptures de la plupart des fibres de jute.

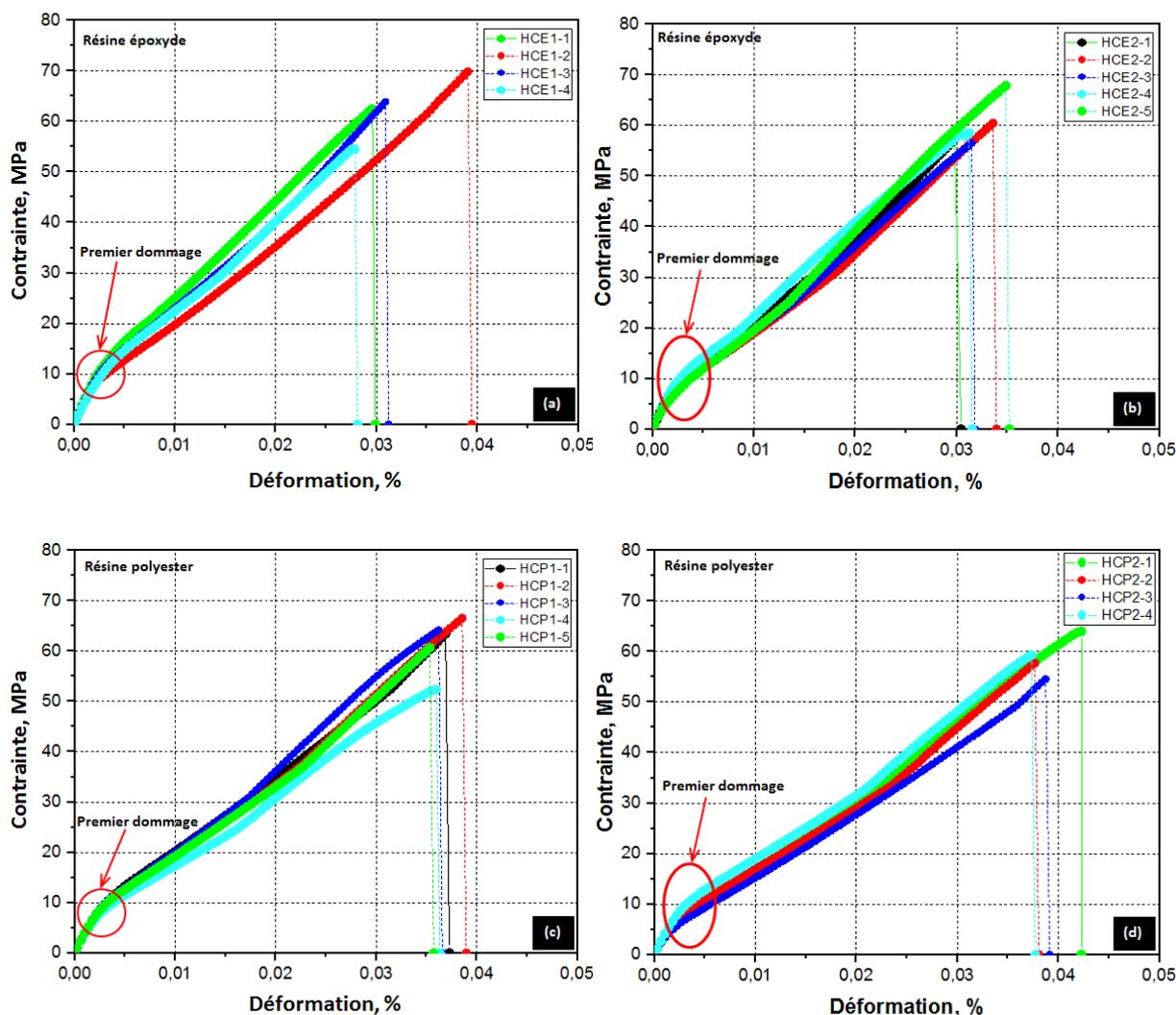


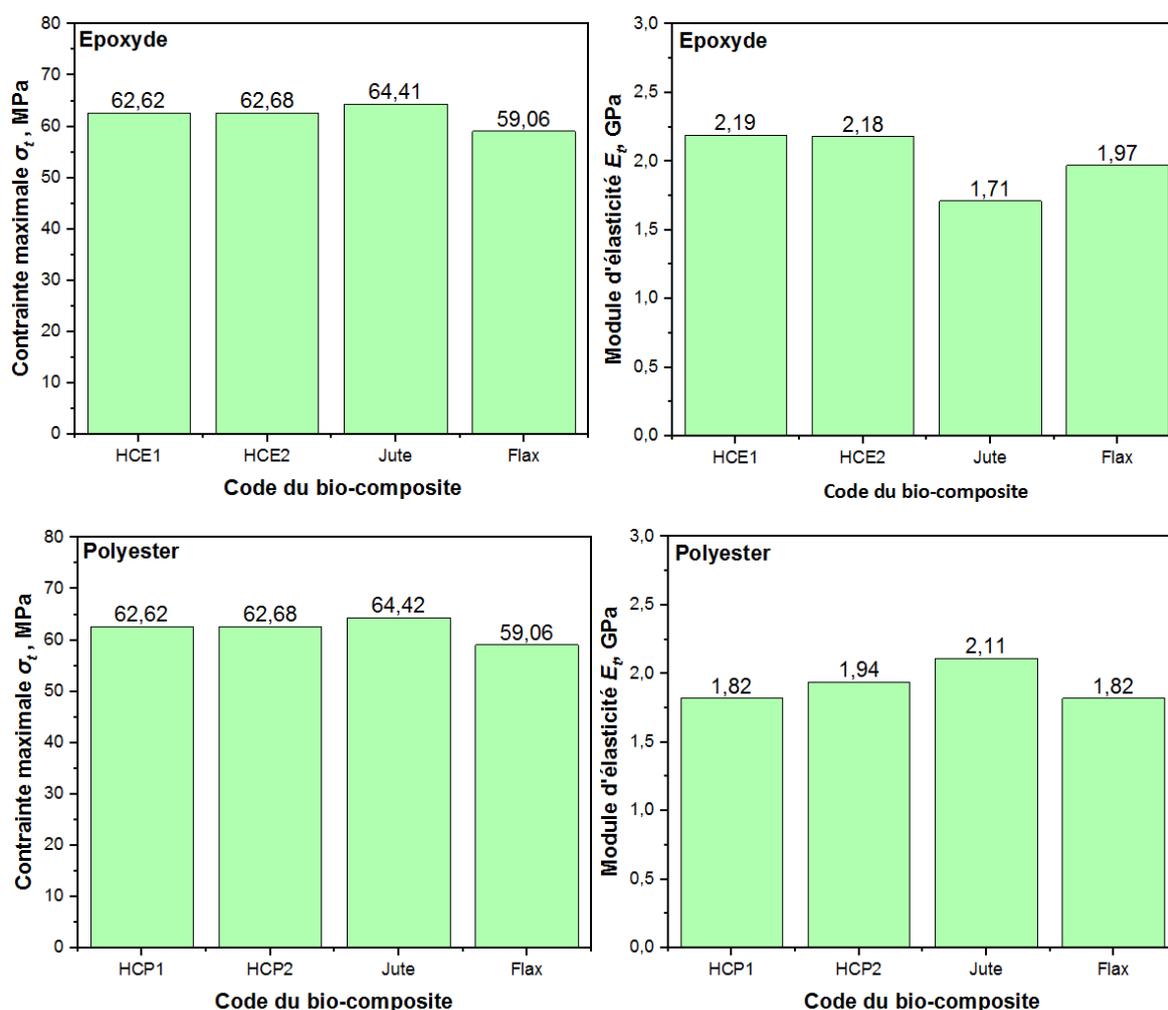
Fig. III.10 Courbes de confirmation des bio-composites hybrides en traction pour les deux résines utilisées

Les propriétés mécaniques (la contrainte maximale à la rupture et le module d'élasticité) des essais des bio-composites hybrides sont regroupées dans le tableau III.8.

D'après ce tableau, on remarque que les valeurs expérimentales et celles estimées, par l'optimisation de la désirabilité, sont très proches. Pour la contrainte maximale à la rupture, l'erreur relative moyenne est de 4,50 % tandis que, pour le module d'élasticité cette erreur est de l'ordre de 5,60 %. Enfin, on observe une bonne concordance entre les résultats estimés et ceux obtenus expérimentalement. Les valeurs moyennes de la contrainte maximale et du module de d'Young, des différentes configurations, des bio-composites hybrides et des bio-composites individuels sont représentées (Fig. III.11). Par ailleurs, on constate que les meilleures propriétés mécaniques sont données par les bio-composites hybrides.

Tableau III.8 Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites du bio-composite hybride sollicité en traction

N°	Code	Valeur expérimentale		Valeur prédite		Erreur (%)	
		σ_t , MPa	E_t , GPa	σ_t , MPa	E_t , GPa	σ_t , MPa	E_t , GPa
a) Résine époxyde							
1	HCE1	64,71	2,19	62,08	2,10	4,06	4,10
2	HCE2	60,26	2,18	53,86	2,14	10,62	1,65
b) Résine polyester							
1	HCP1	62,62	1,82	61,44	1,61	1,88	11,54
2	HCP2	62,68	1,94	61,78	1,84	1,43	5,05

**Fig. III.11** Comparaison entre les bio-composites hybrides et individuels

III.5 MODELISATION DES PARAMETRES TECHNOLOGIQUES EN FLEXION TROIS POINTS

Les résultats expérimentaux des paramètres technologiques en flexion trois points présentés dans le tableau III.9, ont été obtenus suite aux différentes combinaisons des paramètres d'entrée. La matrice de planification des expériences pour un plan 3^4 est appliquée suivant le plan de Box-Behnken dans le but de réduire le nombre des expériences.

Tableau III.9 Paramètres technologiques suivant le plan de Box-Behnken en flexion

N° Essais	Valeurs codifiées				Valeurs réelles				Paramètres technologiques			
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Type de fibres	Type de traitement chimique	Pourcentage fibre (wt. %)	Durée du traitement (h)	Résine époxyde		Résine polyester	
									Contrainte maximale en flexion σ_f (MPa)	Module d'élasticité en flexion E_f (GPa)	Contrainte maximale en flexion σ_f (MPa)	Module d'élasticité en flexion E_f (GPa)
1	0	0	1	1	Jute	Brute	20	24	123,77	10,78	87,67	5,20
2	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	93,20	7,54	75,97	6,18
3	0	1	0	1	Jute	NaOH	15	24	102,91	8,52	123,61	5,45
4	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	93,20	7,54	75,97	6,18
5	0	0	-1	1	Jute	Brute	10	24	70,45	4,81	64,87	4,68
6	-1	0	-1	0	Lin	Brute	10	12	44,33	2,23	29,90	1,03
7	0	-1	-1	0	Jute	NaHCO ₃	10	12	86,47	4,49	92,41	6,43
8	0	1	1	0	Jute	NaOH	20	12	129,50	10,98	129,16	7,98
9	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	93,20	7,54	75,97	6,18
10	-1	0	0	-1	Lin	Brute	15	4	64,34	4,10	44,55	1,76
11	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	93,20	7,54	75,97	6,18
12	-1	0	0	1	Lin	Brute	15	24	59,33	3,87	37,13	1,28
13	1	0	1	0	Sisal	Brute	20	12	72,72	4,10	65,27	5,18
14	1	-1	0	0	Sisal	NaHCO ₃	15	12	66,87	4,21	59,38	4,29
15	0	0	0	0	Jute	Brute	15	12	93,20	7,54	75,97	6,18
16	-1	-1	0	0	Lin	NaHCO ₃	15	12	69,29	4,06	46,55	1,98
17	-1	0	1	0	Lin	Brute	20	12	101,93	6,38	53,52	2,46
18	1	0	0	-1	Sisal	Brute	15	4	69,05	3,10	59,96	3,11
19	1	0	0	1	Sisal	Brute	15	24	62,42	3,06	52,34	2,98
20	0	-1	0	-1	Jute	NaHCO ₃	15	4	86,47	7,88	101,65	6,97
21	0	0	-1	-1	Jute	Brute	10	4	70,45	4,81	64,87	4,68
22	1	1	0	0	Sisal	NaOH	15	12	63,73	4,09	61,17	4,15
23	0	-1	1	0	Jute	NaHCO ₃	20	12	146,40	11,17	132,24	8,51
24	-1	1	0	0	Lin	NaOH	15	12	68,03	3,51	47,28	1,84
25	0	1	-1	0	Jute	NaOH	10	12	83,33	5,10	101,81	6,19
26	0	-1	0	1	Jute	NaHCO ₃	15	24	104,22	8,10	106,06	6,93
27	0	1	0	-1	Jute	NaOH	15	4	92,22	7,94	118,14	5,45
28	1	0	-1	0	Sisal	Brute	10	12	54,08	2,80	41,27	2,59
29	0	0	1	-1	Jute	Brute	20	4	153,12	11,61	93,34	6,29

III.5.1 Contrainte maximale en flexion (σ_f)

a) Analyse de la variance de σ_f

Le tableau III.10 expose les résultats de l'analyse de variance ANOVA pour la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f) pour les deux résines utilisées (poxyste et polyester). Les résultats du "F-value" indiquent clairement que le pourcentage de fibre 'X₃' est le paramètre le plus significatif sur σ_f comparé aux autres paramètres d'entrée avec une contribution de (13,80 et 49,02) % respectivement pour les deux résines utilisées (époxyde et polyester). Le second facteur influençant la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f) est le type de fibres 'X₁'. Sa contribution est de (2 et 0,53) % respectivement. De même, les produits (X₁ × X₁ et X₂ × X₂) ont un effet significatif sur σ_f avec un impact de [(55,52 et 24,87) et (44,55 et 2,17)] %. Les paramètres 'X₂', 'X₄' et le produit (X₄ × X₄) n'ont pas un effet significatif sur σ_f , puisque la valeur de la probabilité est supérieure à 0,05.

Tableau III.10 ANOVA pour la contrainte maximale en flexion (σ_f)

Source	SCE	ddl	CM	F-value	Prob.	Cont. %	Remarque
a) Résine époxyde							
Modèle	21265,18	8	2658,14	39,38	< 0,0001		Significatif
X ₁	356,57	1	356,57	5,28	0,0324	2,00	–
X ₂	153,16	1	153,16	2,27	0,1476	0,86	Non significatif
X ₃	2457,85	1	2457,85	36,42	< 0,0001	13,80	Significatif
X ₄	8,13	1	8,13	0,12	0,7320	0,05	Non significatif
X ₁ × X ₁	9885,07	1	9885,07	146,47	< 0,0001	55,52	Significatif
X ₂ × X ₂	4428,85	1	4428,85	65,62	< 0,0001	24,87	–
X ₃ × X ₃	269,74	1	269,74	3,99	0,0594	1,51	Non significatif
X ₄ × X ₄	245,68	1	245,68	3,64	0,0709	1,38	–
Erreur	1349,76	20	67,48				
Total	22614,95	28				100	
b) Résine polyester							
Modèle	15511,80	8	1938,97	39,48	< 0,0001		Significatif
X ₁	75,10	1	75,10	1,52	0,2306	0,53	Non significatif
X ₂	33,33	1	33,33	0,67	0,4198	0,23	–
X ₃	6959,16	1	6959,16	141,69	< 0,0001	49,02	Significatif
X ₄	67,40	1	67,40	1,37	0,2552	0,47	Non significatif
X ₁ × X ₁	6323,68	1	6323,68	128,75	< 0,0001	44,55	Significatif
X ₂ × X ₂	308,30	1	308,30	6,27	0,0210	2,17	–
X ₃ × X ₃	401,15	1	401,15	8,16	0,0097	2,83	–
X ₄ × X ₄	27,61	1	27,61	0,56	0,4621	0,19	Non significatif
Erreur	982,26	20	49,11				
Total	16494,07	28				100	

b) Analyse de régression de σ_f

L'analyse de régression de la contrainte maximale en flexion (σ_f) en fonction des paramètres d'entrée en termes codés; X_1 , X_2 , X_3 et X_4 donne les équations du modèle quadratique complet pour les deux résines (Eqs. III.17 et III.18) en termes codés avec des coefficients de détermination R^2 suivants : $R^2_{\text{époxyde}} = 94,03\%$ et $R^2_{\text{polyester}} = 94,04\%$.

❖ Résine époxyde

$$\begin{aligned} \sigma_f = & 75,97 + 5,451X_1 + 3,572X_2 + 14,311X_3 + 0,8235X_4 - 39,037X_1 \times X_1 \\ & + 26,130X_2 \times X_2 + 6,448X_3 \times X_3 + 6,154X_4 \times X_4 \end{aligned} \quad \text{III.17}$$

❖ Résine polyester

$$\begin{aligned} \sigma_f = & 93,20 - 2,501X_1 - 1,667X_2 + 24,082X_3 + 2,37X_4 - 31,22X_1 \times X_1 \\ & + 6,894X_2 \times X_2 + 7,864X_3 \times X_3 - 2,063X_4 \times X_4 \end{aligned} \quad \text{III.18}$$

c) Facteurs influents (Courbe de Pareto)

Les effets standardisés des figures III.12(a) et 12(b) sont obtenus en soustrayant la moyenne des σ_f au niveau bas de chaque facteur (le type de fibre ' X_1 ', le type de traitement chimique ' X_2 ', le pourcentage de fibre ' X_3 ' et la durée de traitement ' X_4 ') de celle obtenue au niveau haut des mêmes facteurs. Cette réponse est ensuite divisée par l'erreur standard du facteur correspondant. Les valeurs standardisées situées à droite du niveau de confiance (la verticale rouge $F_{\text{tableau}} = 4,35$). Plus l'effet standardisé est élevé, plus le facteur présente une influence sur σ_f . Par contre, tous les paramètres et les produits ayant un niveau inférieur (à gauche du niveau de confiance $F_{\text{tableau}} = 4,35$) sont négligeables et ne sont pas pris en compte.

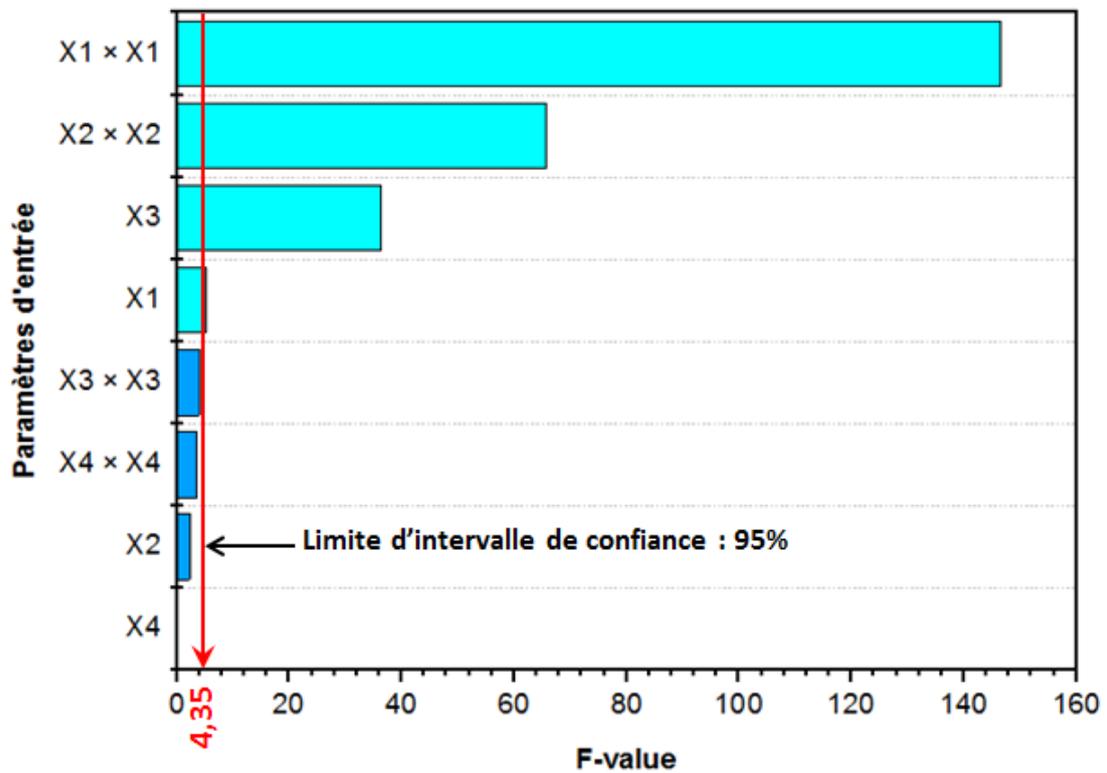
En introduisant seulement les paramètres qui ont un effet significatif, les modèles réduits de σ_f en fonction des paramètres d'entrée donnent les équations (III.19 et III.20) avec des coefficients de détermination respectifs de ($R^2_{\text{époxyde}} = 92,11$ et $R^2_{\text{polyester}} = 93,88$) %.

❖ Résine époxyde

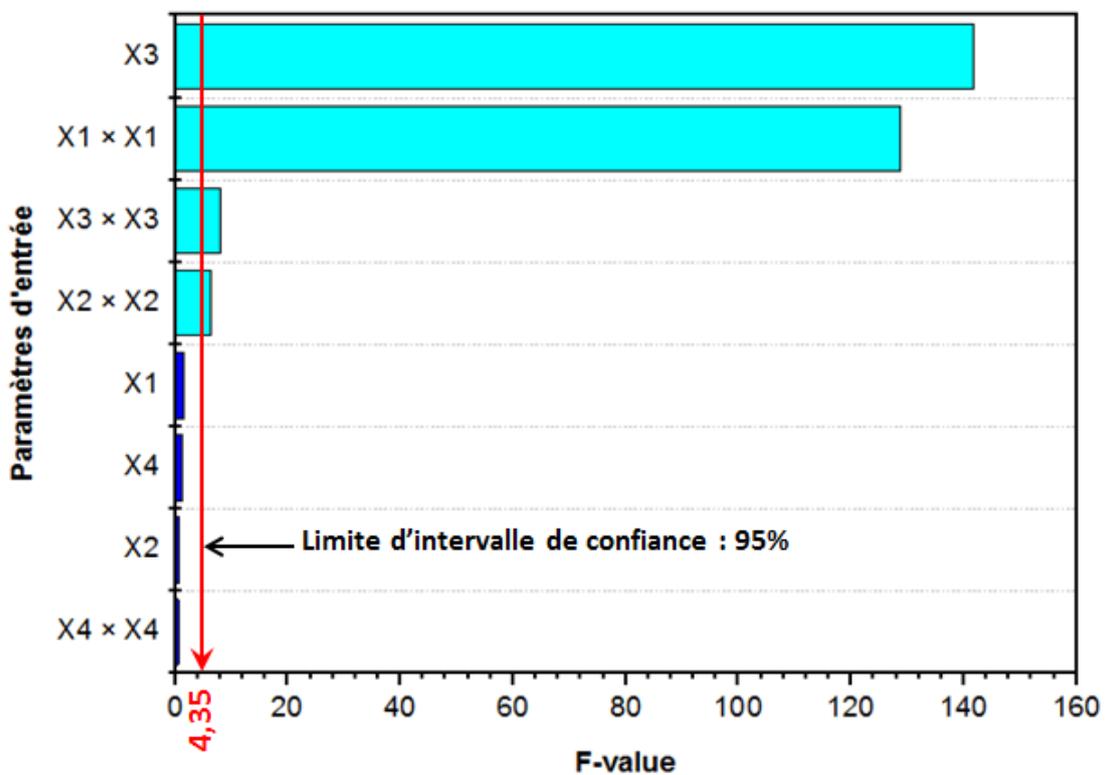
$$\begin{aligned} \sigma_f = & 82,84 + 5,451X_1 + 3,572X_2 + 14,311X_3 + 0,8235X_4 - 41,047X_1 \times X_1 \\ & + 24,12X_2 \times X_2 \end{aligned} \quad \text{III.19}$$

❖ Résine polyester

$$\begin{aligned} \sigma_f = & 91,86 - 2,501X_1 - 1,667X_2 + 24,082X_3 + 2,37X_4 - 31,22X_1 \times X_1 \\ & + 7,28X_2 \times X_2 + 8,25X_3 \times X_3 \end{aligned} \quad \text{III.20}$$



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

Significatif Non significatif

Fig. III.12 Courbes de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur la contrainte maximale en flexion pour les deux résines utilisées

La figure III.13 illustre l'effet de perturbation de la contrainte maximale à la rupture en flexion, pour les deux résines utilisées, en fonction des paramètres d'entrée. Les courbes sont représentées par les différents facteurs tels que ; le type de fibres ' X_1 ', le type de traitement chimique ' X_2 ', le pourcentage de fibre ' X_3 ' et la durée du traitement ' X_4 '. On remarque, que l'augmentation de ' X_1 ' conduit à une forte perturbation de la contrainte maximale à la rupture (σ_f). Des observations semblables ont été également signalées par Ratna Prasad et Mohana Rao [PRA 11]. De même, la variation de ' X_3 ' conduit à une nette augmentation de la contrainte maximale à la rupture.

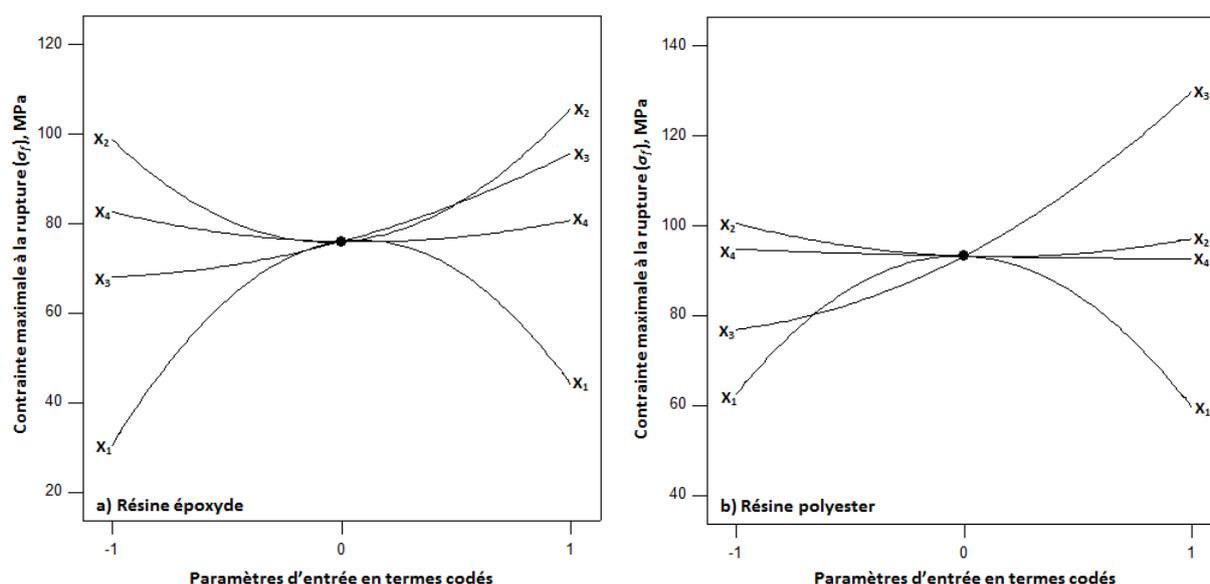
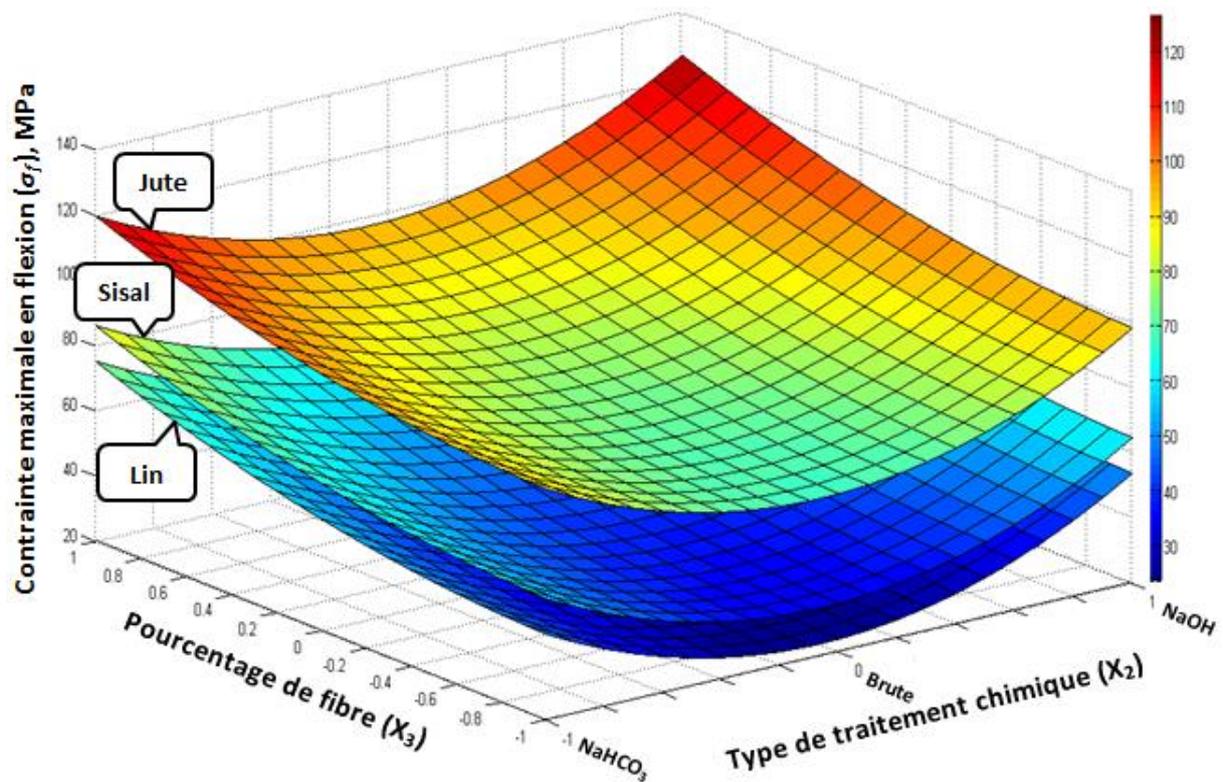
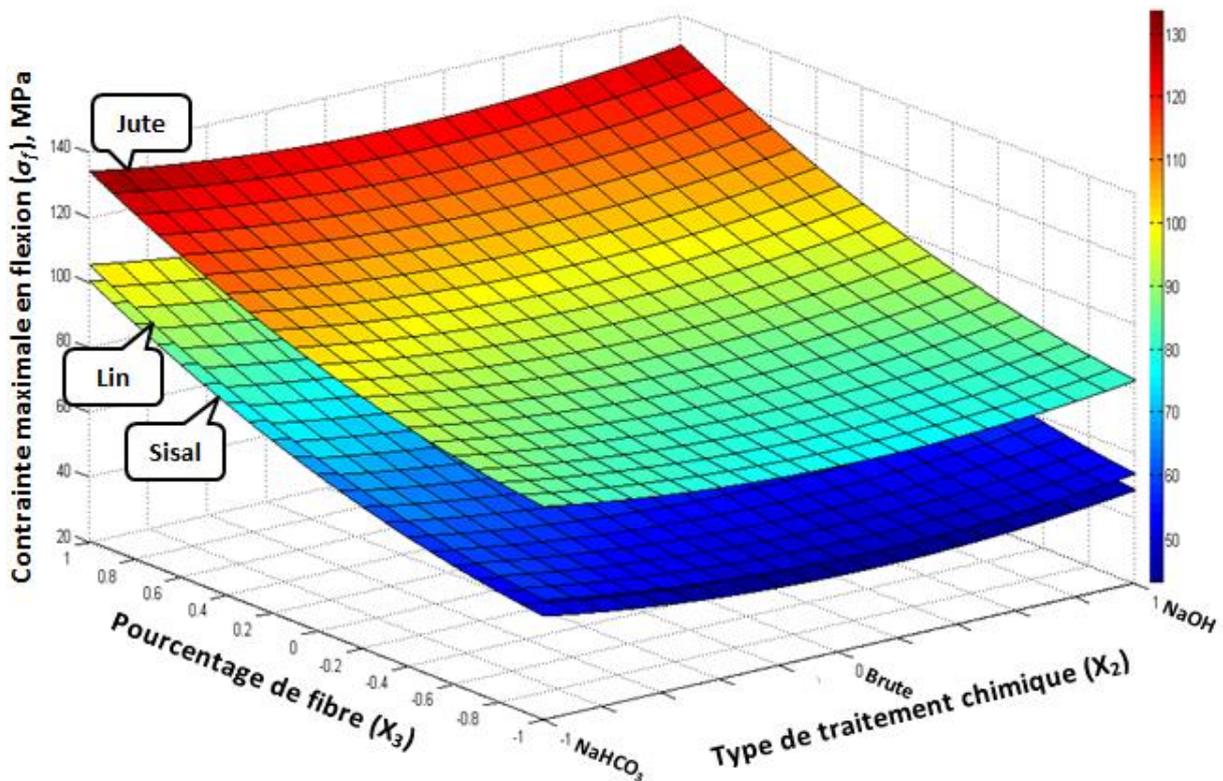


Fig. III.13 Courbes des effets principaux sur la contrainte maximale à la rupture en flexion pour les deux résines utilisées

La figure III.14 montre la variation de la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f) en fonction du type de traitement chimique ' X_2 ' et le pourcentage de fibre ' X_3 ', pour les trois fibres testées (jute, lin et sisal) tout en maintenant ' X_4 ' égal au niveau moyen (12 heures). En examinant l'allure des trois courbes, on enregistre une croissance très nette de la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f) avec l'augmentation du pourcentage de fibre ' X_3 ' pour les trois bio-composites testés. Ceci est dû, à l'augmentation de la densité de bio-composite et à la diminution des zones vides entre la fibre et la résine. Par conséquent, la rupture de composite nécessite des contraintes à la rupture élevées [ZAR 03]. D'autre part, on note que les valeurs maximales à la rupture en flexion (σ_f) sont obtenues dans les conditions suivantes : le bio-composite est renforcé par des fibres de jute traitées par NaOH ou NaCHO_3 , avec un pourcentage de fibre ' X_3 ' égal à 20 %.



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

Fig. III.14 Diagramme 3D de surface pour la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f) en fonction des paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures

III.5.2 Module d'élasticité en flexion (E_f)

a) Analyse de la variance de E_f

Le tableau III.11 présente les résultats de l'analyse de la variance, pour le module d'élasticité en flexion (E_f), obtenus pour les deux résines (époxyde et polyester). L'analyse des résultats montre que le pourcentage de fibre 'X₁' est le facteur le plus important qui affecte le module d'élasticité en flexion (E_f) avec une contribution de (9,99 et 42,21) % respectivement pour les résines (époxyde et polyester). Des résultats similaires ont été rapportés par Feng Ng et autres [FEN 19], lors de la flexion des bio-composites, renforcés par kénaf. Le second facteur qui influe sur E_f est le type de fibres, sa contribution est de (9,82 et 0,44) % respectivement. Les autres paramètres (X₂ et X₄) présentent un effet faible sur E_f , sa contribution est de [(0,88 et 0,03) et (0,01 et 0,03)] %. Le produit X₁ × X₁ présente un effet énorme sur le module d'élasticité en flexion avec une contribution de (74,67 et 56,71) %. Les autres produits n'ont pas d'effet significatif sur E_f , car la valeur de la probabilité est inférieure à 5%.

Tableau III.11 ANOVA pour le module d'élasticité en flexion (E_f)

Source	SCE	ddl	CM	F-value	Prob.	Cont. %	Remarque
a) Résine époxyde							
Modèle	118,91	8	14,86	103,53	< 0,0001		Significatif
X ₁	10,67	1	10,67	74,38	< 0,0001	9,82	–
X ₂	0,95	1	0,95	6,67	0,0177	0,88	–
X ₃	10,85	1	10,85	75,61	< 0,0001	9,99	–
X ₄	0,03	1	0,03	0,22	0,6405	0,03	Non significatif
X ₁ × X ₁	81,16	1	81,16	565,35	< 0,0001	74,67	Significatif
X ₂ × X ₂	3,11	1	3,11	21,65	0,0002	2,86	–
X ₃ × X ₃	0,16	1	0,16	1,16	0,2934	0,15	Non significatif
X ₄ × X ₄	1,73	1	1,73	12,08	0,0024	1,60	Significatif
Erreur	2,87	20	0,14				
Total	121,78	28				100	
b) Résine polyester							
Modèle	190,05	8	23,75	40,52	< 0,0001		Significatif
X ₁	0,77	1	0,77	1,32	0,2631	0,44	Non significatif
X ₂	0,01	1	0,01	0,01	0,9321	0,01	–
X ₃	74,75	1	74,75	127,51	< 0,0001	42,21	Significatif
X ₄	0,05	1	0,05	0,09	0,7661	0,03	Non significatif
X ₁ × X ₁	100,41	1	100,41	171,27	< 0,0001	56,71	Significatif
X ₂ × X ₂	0,83	1	0,83	1,42	0,2471	0,47	Non significatif
X ₃ × X ₃	0,15	1	0,15	0,27	0,6097	0,09	–
X ₄ × X ₄	0,05	1	0,05	0,10	0,7539	0,03	–
Erreur	11,72	20	0,58				
Total	201,77	28				100	

b) Analyse de régression de E_f

L'analyse de régression du module d'élasticité en flexion (E_f) en fonction des paramètres d'entrée en termes codés; ' X_1 ', ' X_2 ', ' X_3 ' et ' X_4 ' donne les équations (III.21 et III.22) du modèle quadratique complet pour les deux résines avec les coefficients de détermination ($R^2_{\text{époxyde}} = 97,64$ et $R^2_{\text{polyester}} = 94,19$) %.

❖ Résine époxyde

$$E_f = 6,17 + 0,943X_1 - 0,282X_2 + 0,951X_3 + 0,052X_4 - 3,537X_1 \times X_1 + 0,649X_2 \times X_2 + 0,160X_3 \times X_3 - 0,517X_4 \times X_4 \quad \text{III.21}$$

❖ Résine polyester

$$E_f = 7,54 - 0,254X_1 + 0,019X_2 + 2,496X_3 + 0,067X_4 - 3,934X_1 \times X_1 + 0,358X_2 \times X_2 + 0,156X_3 \times X_3 + 0,095X_4 \times X_4 \quad \text{III.22}$$

c) Facteurs influents (Courbe de Pareto)

La courbe de Pareto (Fig. III.15) classe les facteurs et leurs produits en fonction de leur influence sur la réponse E_f . Tous les produits ayant un effet inférieur à la limite des facteurs significatifs (intervalle de confiance 95 %) sont négligés et ne sont pas représentés dans le modèle. Les graphes de Pareto montrent les points suivants pour les deux types de résines utilisées :

- ✓ le type de fibres présente un effet énorme sur le module d'élasticité E_f .
- ✓ le pourcentage de fibre présente un effet sur le module d'élasticité E_f .

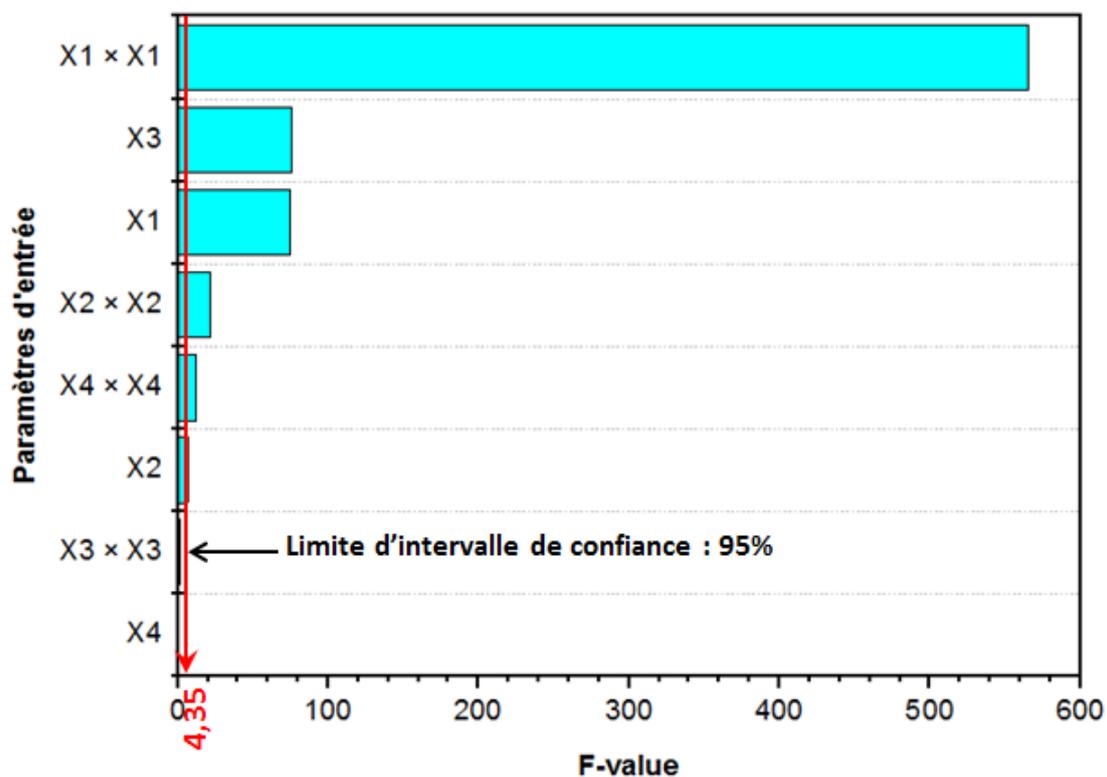
À partir de ces deux points, on peut conclure que le modèle de régression qui prédit le module d'élasticité en fonction des paramètres d'entrée, est déterminé seulement avec les paramètres qui ont un effet significatif. En introduisant uniquement les paramètres qui ont un effet significatif, les modèles réduits de E_f , en fonction des paramètres d'entrée, donne les équations (III.23 et III.24) avec des coefficients de détermination respectifs ($R^2_{\text{époxyde}} = 97,51$ et $R^2_{\text{polyester}} = 93,75$) %.

❖ Résine époxyde

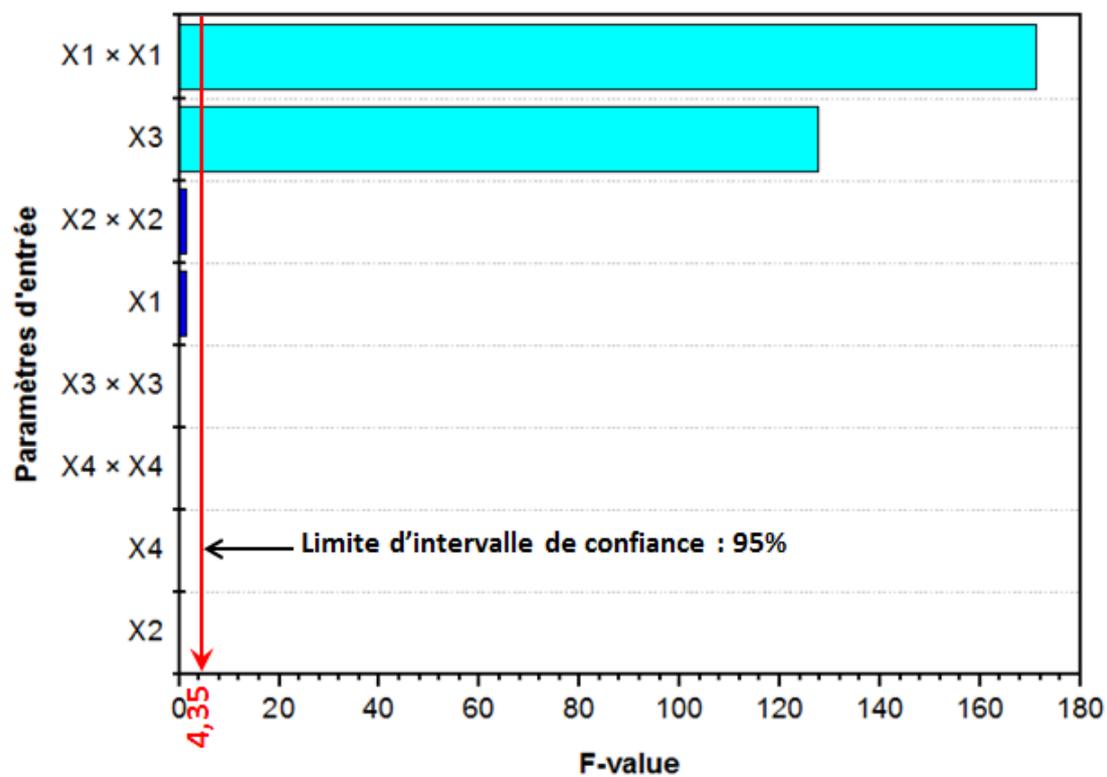
$$E_f = 6,22 + 0,943X_1 - 0,282X_2 + 0,951X_3 + 0,052X_4 - 3,567X_1 \times X_1 + 0,649X_2 \times X_2 - 0,547X_4 \times X_4 \quad \text{III.23}$$

❖ Résine polyester

$$E_f = 7,83 - 0,254X_1 + 0,019X_2 + 2,496X_3 + 0,067X_4 - 4,02X_1 \times X_1 \quad \text{III.24}$$



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

■ Significatif ■ Non significatif

Fig. III.15 Courbe de Pareto des effets des paramètres d'entrée sur le module d'élasticité en flexion pour les deux résines utilisées

d) Comportement uni factoriel du module d'élasticité en flexion

La figure III.15 illustre l'effet de perturbation pour le module d'élasticité en flexion (E_f), en fonction des paramètres d'entrée, pour les deux résines utilisées. On remarque, que la variation de ' X_1 ' conduit à une forte perturbation du module d'élasticité (E_f). Des résultats semblables ont été rapportés, par Murali Mohan Rao et autres [RAO 10], lors des essais statiques de traction et flexion des bio-composites renforcés par vakka, sisal, bambou et bananier/polyester.

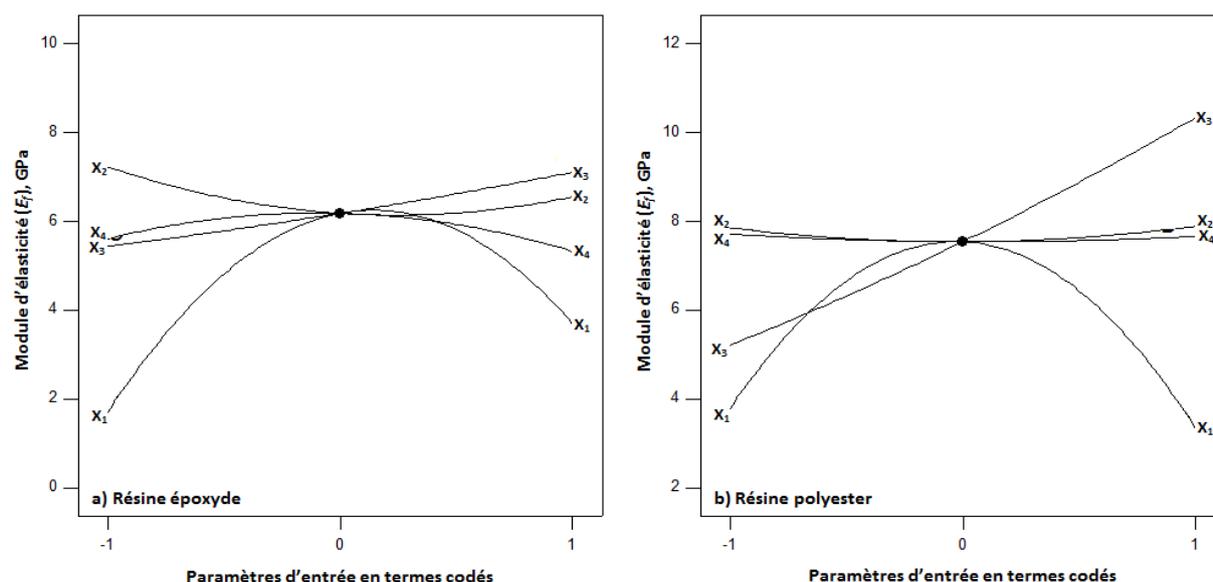
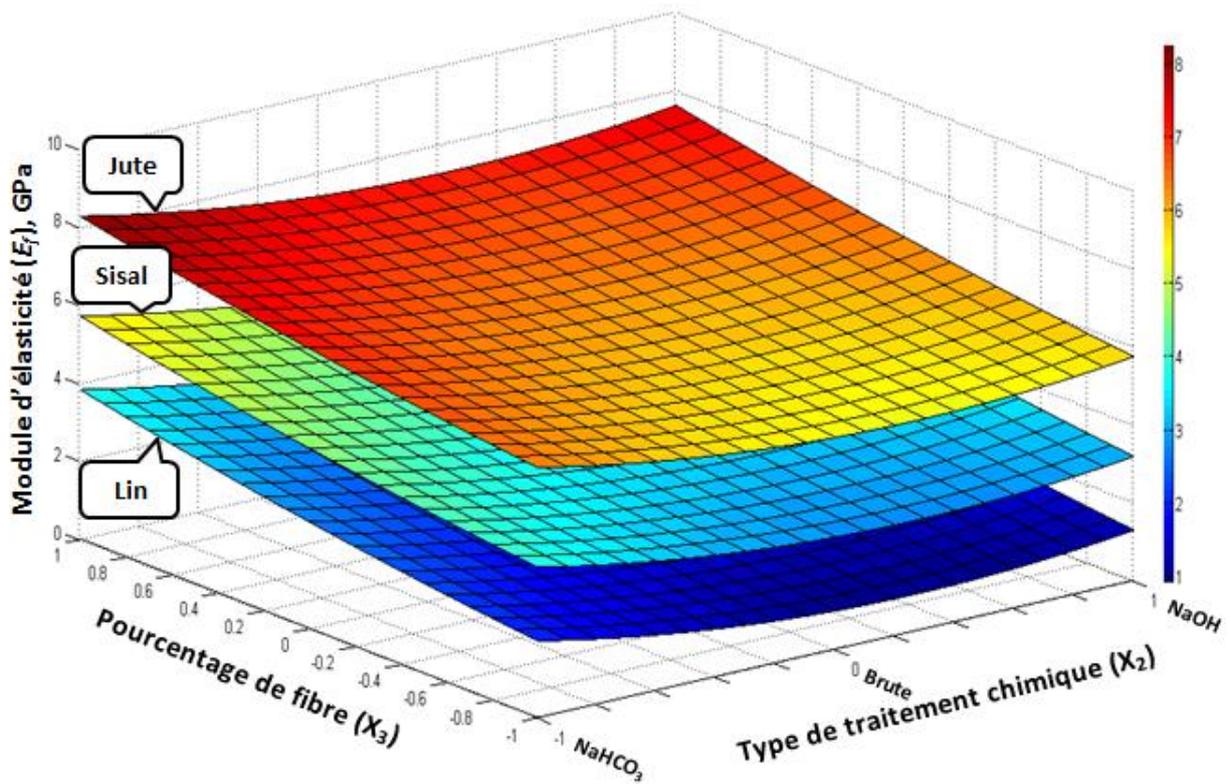


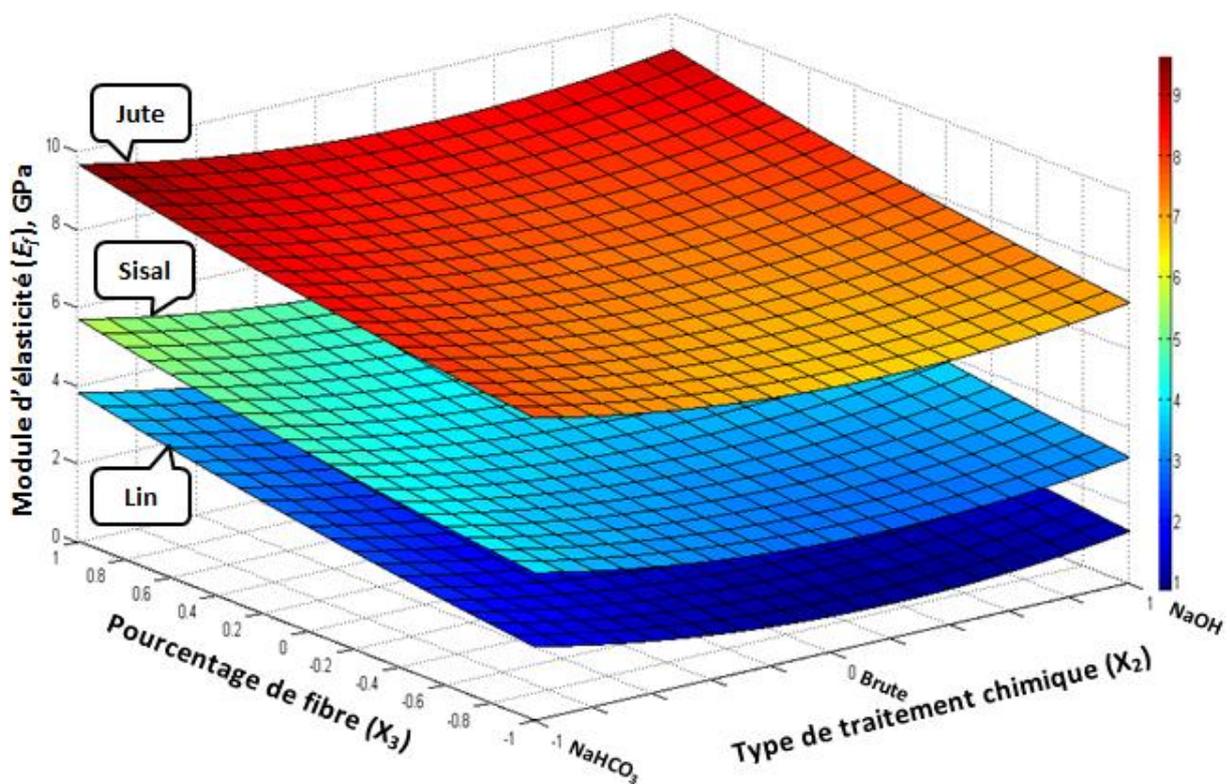
Fig. III.16 Courbes illustrant les effets principaux sur le module d'élasticité en flexion E_f pour les deux résines utilisées

La figure III.17 montre la variation du module d'élasticité, en flexion E_f en fonction du type de traitement chimique ' X_2 ' et le pourcentage de fibre ' X_3 ', pour les trois fibres testées (jute, lin et sisal) pendant un niveau moyen (12 heures). En examinant l'allure des trois courbes, pour les deux résines utilisées, on enregistre une croissance très nette du module d'élasticité en flexion E_f quand ' X_3 ' augmente. Par ailleurs, le suivi de l'évolution du module d'élasticité E_f en fonction du type de traitement chimique ' X_2 ', montre que ce paramètre a un effet très faible par rapport à celui de ' X_3 '.

On remarque que les valeurs du module d'élasticité E_f , de bio-composites renforcés par fibre de jute sont fortement supérieures à celles des autres fibres. Les bio-composites renforcés par fibre de sisal viennent en deuxième position. Alors que les bio-composites renforcés par fibre de lin viennent en dernier position et cela pour les deux résines utilisées.



(a) Résine époxyde

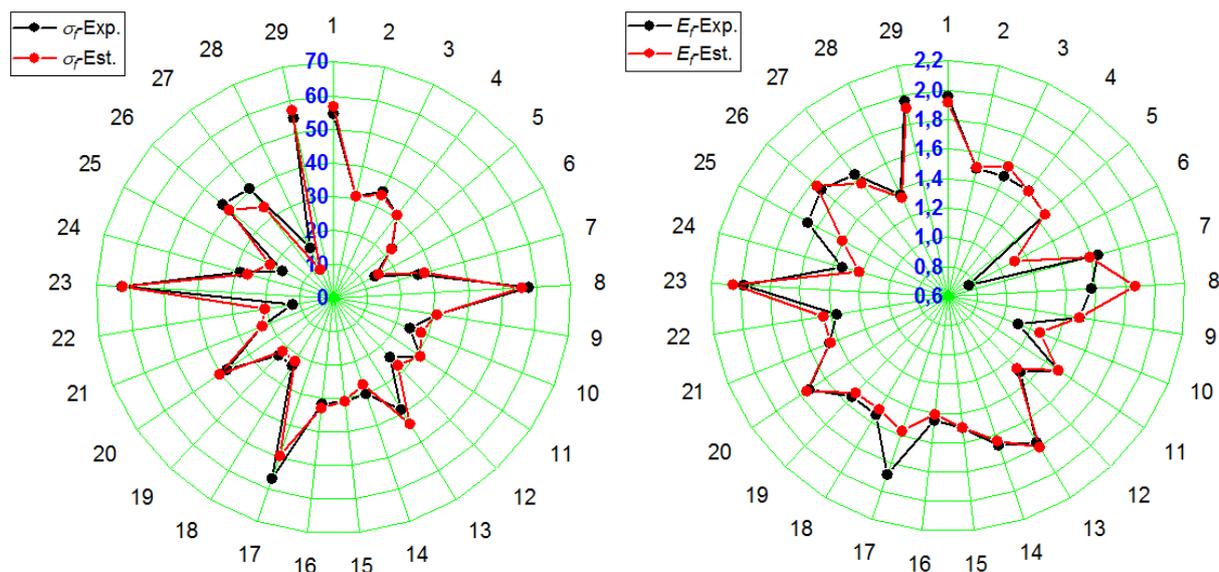


(b) Résine polyester

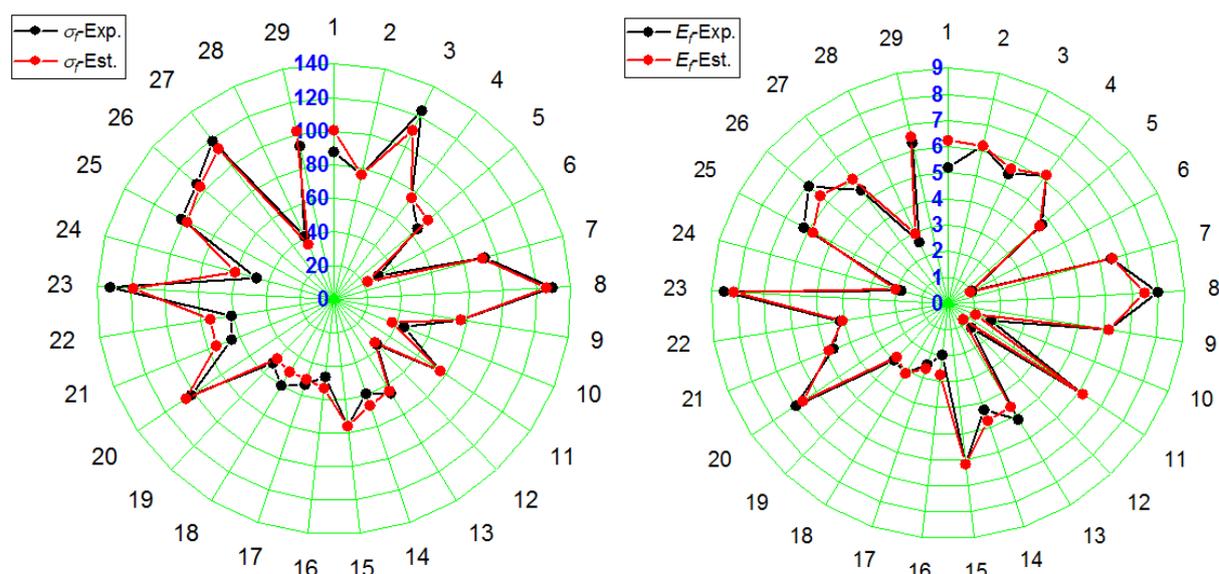
Fig. III.17 Diagramme 3D de surface pour le module d'élasticité en flexion E_f en fonction les paramètres d'entrée pour les trois fibres testées à $X_4 = 12$ heures

III.5.3 Comparaison entre les valeurs expérimentales et estimées en flexion

La comparaison entre les valeurs expérimentales des paramètres technologiques (σ_f , E_f) et celles estimées par les modèles mathématiques obtenus par la méthodologie de surface de réponse (MSR), est présentée graphiquement par la figure III.18. L'analyse des résultats montre clairement que les valeurs expérimentales et les valeurs estimées sont très proches.



(a) Résine époxyde



(b) Résine polyester

Fig. III.18 Courbes comparatives des valeurs expérimentales et estimées des paramètres technologiques en flexion trois points, pour les deux résines utilisées (a) et (b)

III.5.4 Optimisation des paramètres d'entrée en flexion trois points

Le tableau III.12 présente les conditions d'optimisations des paramètres d'entrée, lors de flexion trois points d'un bio-composite, sur la contraintes maximale à la rupture (σ_f), et sur le module d'élasticité (E_f) pour les deux résines utilisées.

Tableau III.12 Conditions d'optimisation utilisées en flexion

Conditions	Objectifs	Limite inférieure		Limite supérieure	
		Résine époxyde	Résine polyester	Résine époxyde	Résine polyester
X ₁ : type de fibres	Gamme	-1		1	
X ₂ : type de traitement chimique	Gamme	-1		1	
X ₃ : pourcentage de fibre	Gamme	-1		1	
X ₄ : durée du traitement	Gamme	-1		1	
Y ₃ : contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f), MPa	Maximisé	29,90	44,33	132,24	146,40
Y ₄ : module d'élasticité en flexion (E_f), MPa	Maximisé	1,03	2,23	8,51	11,17

Le tableau III.13 présente les résultats de l'optimisation par MSR de la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f), et du module d'élasticité (E_f). Les paramètres d'entrée optimaux obtenus, en termes codés pour les deux résines (époxyde et polyester) sont : le type de fibre 'X₁' de [(0,13 et 0,10) et (-0,13 et -0,18)], le type de traitement chimique 'X₂' de ≈ -1 , le pourcentage de fibre 'X₃' de +1 et la durée de traitement 'X₄' de [(-0,76 et -0,52) et (-0,04 à -0,37)].

Tableau III.13 Optimisation par MSR des paramètres technologiques (σ_f et E_f) en flexion

N°	Paramètres d'entrée				Paramètres technologiques		Désirabilité individuelle
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	σ_f , MPa	E_f , MPa	
a) Résine époxyde							
1	0,13	-1	+1	-0,76	125,55	8,23	0,9488
2	0,10			-0,52	123,67	8,34	0,9465
b) Résine polyester							
1	-0,13	-1	+1	-0,04	137,97	10,80	0,9381
2	-0,18			-0,37	136,44	10,82	0,9311

Pour convertir les valeurs codées des paramètres d'entrée optimaux obtenus par la méthode de surface de réponse MSR, on applique la règle de mélange de trois points. La figure III.19 illustre cette démarche. Les conditions optimales réelles des paramètres d'entrée pour les deux résines sont regroupées dans le tableau III.14.

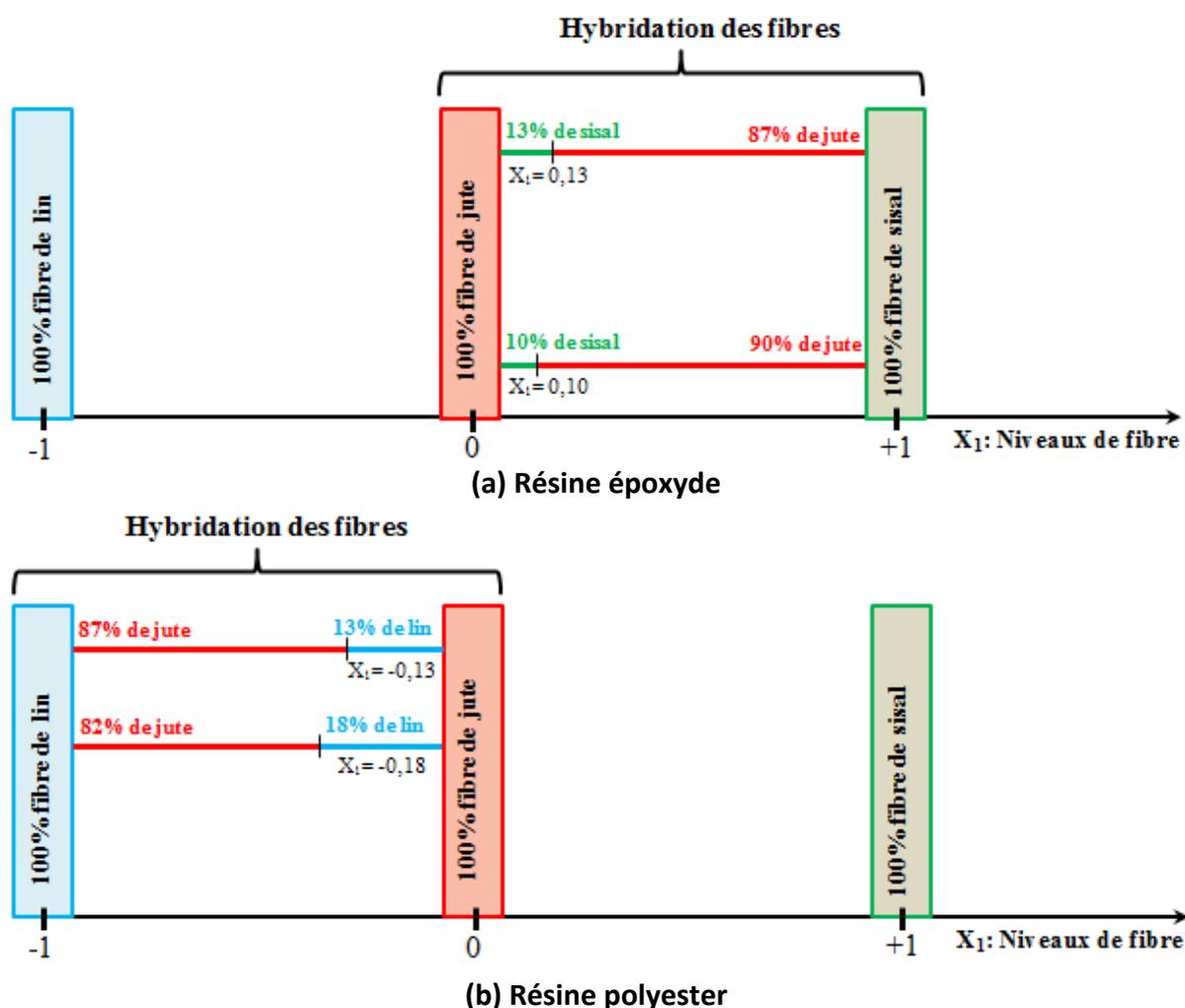


Fig. III.19 Méthode de détermination du pourcentage des fibres en valeurs réelles

Le tableau III.14 donne les conditions d’optimisation des paramètres d’entrée : le type de fibre ‘X₁’, le type de traitement chimique ‘X₂’, le pourcentage de fibre ‘X₃’ et la durée de traitement ‘X₄’ en terme réelles lors de flexion trois points.

Tableau III.14 Valeurs optimales des paramètres d’entrée en terme réelles

N°	Valeurs codifiées				Valeurs réelles			
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Type de fibres (%)	Type de traitement chimique	Pourcentage de fibre (%)	Durée de traitement (h)
a) Résine époxyde								
1	0,13	-1	+1	-0,76	87% de jute et 13% de sisal	NaHCO ₃	20	5h55
2	0,10			-0,52	90% de jute et 10% de sisal			7h50
b) Résine polyester								
1	-0,13	-1	+1	-0,04	87% de jute et 13% de lin	NaHCO ₃	20	11h41
2	-0,18			-0,37	82% de jute et 18% de lin			9h02

Pour confronter les résultats d'optimisation et les valeurs obtenues expérimentalement sur Les différents types de bio-composites hybrides ; des éprouvettes normalisées ont été préparés avec des séquences d'empilement variables dans le but d'évaluer l'influence d'empilement des fibres sur le comportement mécanique en flexion trois points. Ces éprouvettes ont été fabriquées par la méthode de moulage sous vide, en utilisant la technique dite du « sac ». Leurs dimensions 150 x 15 x 5 mm dont les teneurs des constituants sont variables (Tableau III.15).

Les différentes configurations de bio-composites sont données par les figures III.20. Les éprouvettes de bio-composites, pour le cas d'un mélange aléatoire sont illustrées par la figure III.20 (a) (HCE01 et HCP01). La figure III.20 (b)–(e) présente les composites constitués de plis où leurs ordres varient selon le matériau qui les constitue.

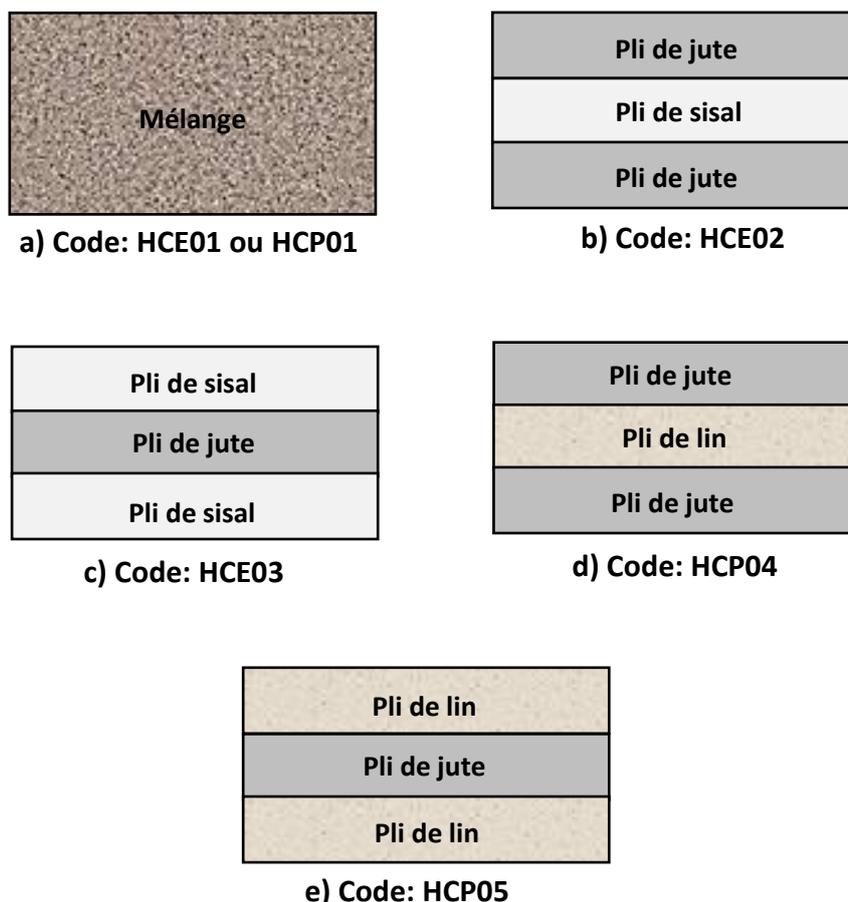


Fig. III.20 Représentation schématique de différentes configurations de stratifiées unidirectionnelles de bio-composites hybride

Tableau III.15 Désignations et configurations des éprouvettes de bio-composites

N°	Bio-composites	Code	Fraction volumique de la fibre (%)			% de la résine	Durée de traitement (h)
			% de fibre de jute	% de fibre de lin	% de fibre de sisal		
a) Résine époxyde							
1	Individuelle composite : époxyde/jute	CEJ	20	–	0	80	12h
2	Individuelle composite : époxyde/sisal	CES	0	–	20		
3	Composite hybride : mélange aléatoire	HCE01	17,40	–	2,60		5h55
4	Composite hybride : jute/sisal/jute	HCE02					
5	Composite hybride : sisal/jute/sisal	HCE03					
6	Composite hybride : mélange aléatoire	HCE04	18	–	2		7h50
7	Composite hybride : jute/sisal/jute	HCE05					
b) Résine polyester							
1	Individuelle composite : polyester/jute	CPJ	20	0	–	80	12h
2	Individuelle composite : polyester/lin	CPF	0	20	–		
3	Composite hybride : mélange aléatoire	HCP01	17,60	3,40	–		11h41
4	Composite hybride : jute/lin/jute	HCP02					
5	Composite hybride : mélange aléatoire	HCP03	16,40	3,60	–		9h02
6	Composite hybride : jute/lin/jute	HCP04					
7	Composite hybride : lin/jute/lin	HCP05					

Dans cette partie de confirmation, le comportement en flexion trois points des bio-composites est étudié. Les dix éprouvettes sont testées en flexion pour les deux résines utilisées. Sur la figure III.21, on représente les courbes de confirmation en flexion trois points des bio-composites hybrides optimaux. On remarque que toutes les configurations de bio-composites gardent la même allure pour chaque résine utilisée, ainsi les résultats obtenus sont assez proches. Les courbes se superposent au début de l'essai, définissant ainsi un vaste domaine élastique linéaire avant de devenir non-linéaire et non élastique. D'autre part, les bio-composites à matrice époxyde présentent un comportement plastique. Par contre, il est clair que les bio-composites à matrice polyester a permis d'apprécier les différences au niveau des propriétés mécaniques. En effet, on remarque que les matériaux à matrice polyester présentent un comportement plus fragile par rapport à celui de matrice époxyde, ces courbes sont linéaire jusqu'à la rupture.

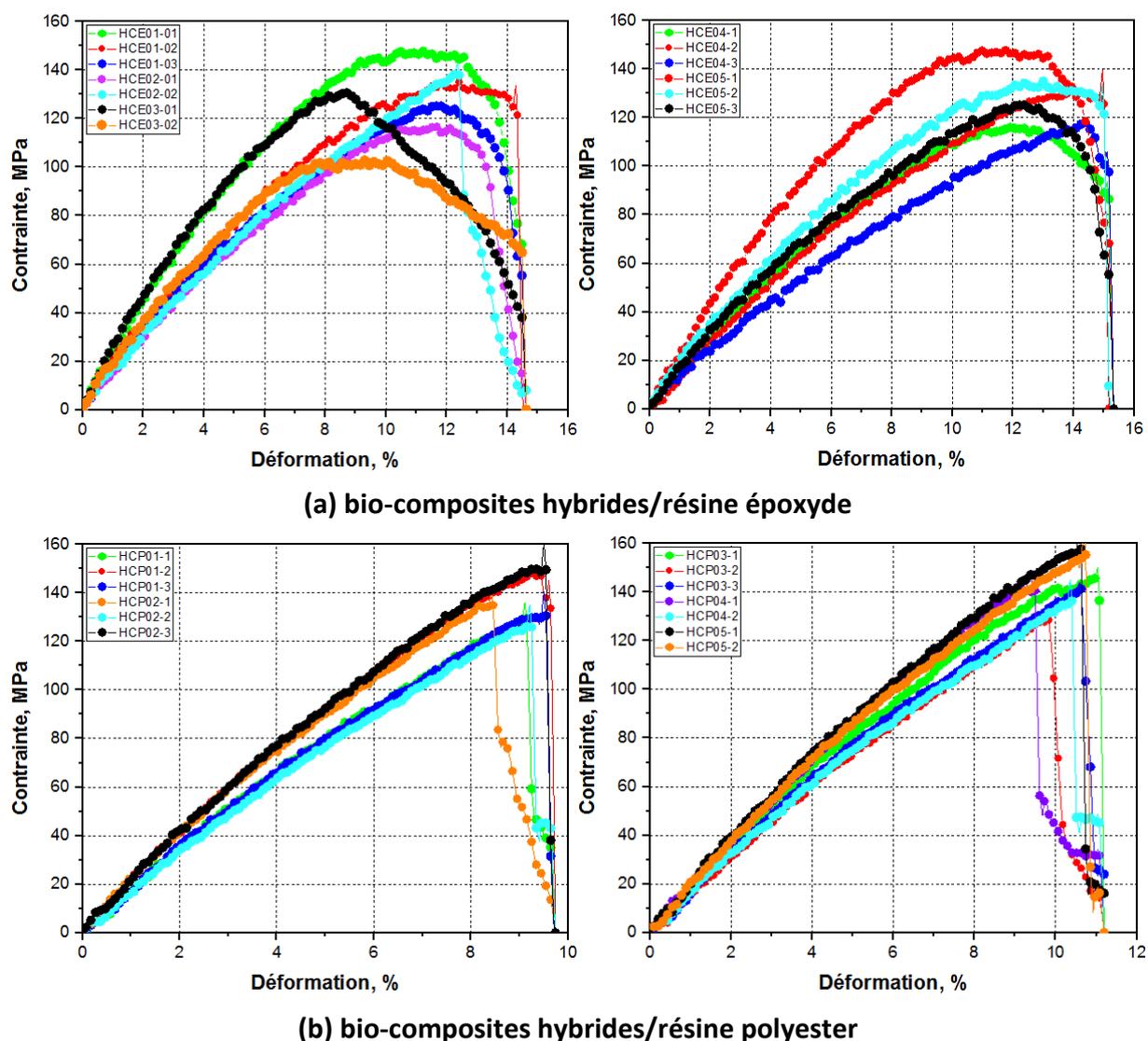


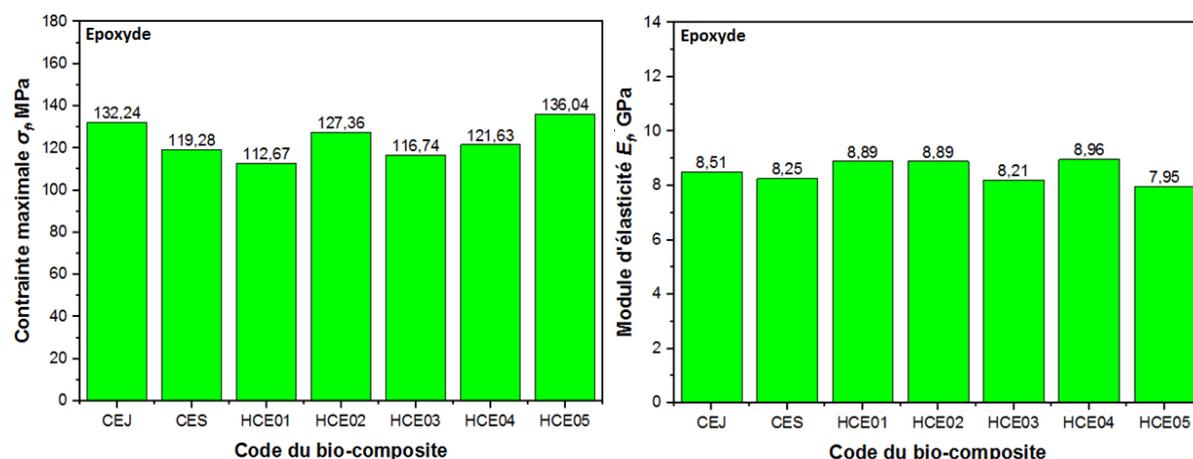
Fig. III.21 Courbes de confirmation des bio-composites hybrides en flexion pour les deux résines utilisées **(a)** et **(b)**

La figure III.22 regroupe les données expérimentales principales des différentes configurations de bio-composites hybrides et individuel lors de flexion trois points. Le module de flexion a été calculé selon la norme ASTM D720 pour une pente variant de 0,5 à 1% de déformation.

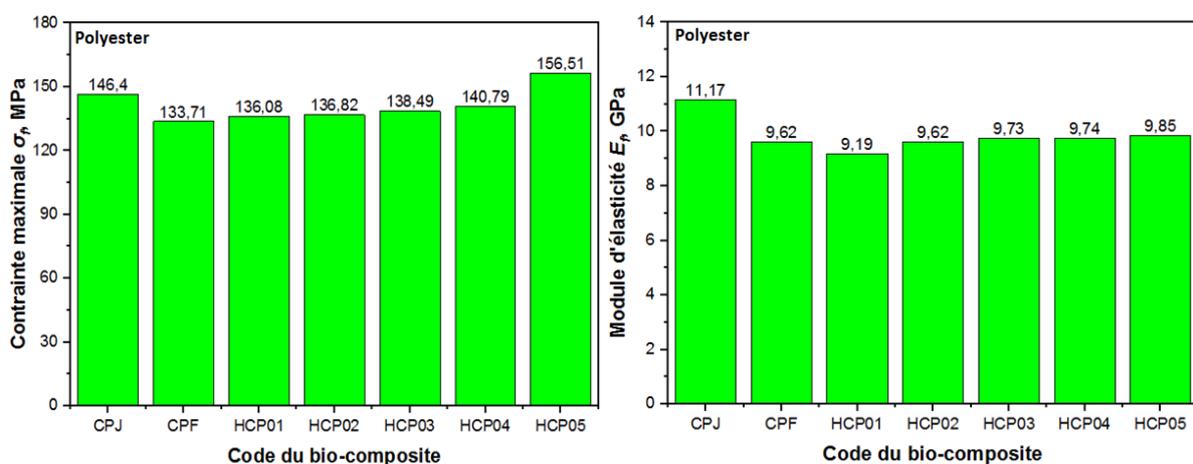
D'après cette dernière, les composites HCE05 et HCP05 présentent les meilleures contraintes maximale à la flexion (136,04 et 156,517 MPa respectivement). Cela indique que l'incorporation des fibres de jute engendre une augmentation de la contrainte maximale.

Comparant les modules de flexion des bio composites hybrides, on remarque que HCE04 et HCP05 ont les modules les plus élevés pour la résine époxyde et polyester respectivement. Cela est dû à la présence de la fibre de jute (90% pour HCE04 et 82% pour HCE05).

D'autre part, on a aussi enregistré que le changement d'ordre des plis de fibre affecte les propriétés mécaniques en flexion. Les meilleurs résultats ont été enregistrés lorsque les fibres de jute présentent la peau du bio composite et les fibres de sisal dans le cœur de matériau (HCE02 et HCE05), pour la résine époxyde. Pour la résine polyester, les résultats favorables ont été marqués pour un ordre de lin/jute/lin (HCP05).



(a) Résine époxyde



(b) résine polyester

Fig. III.22 Comparaison entre les bio-composites hybrides et individuels

L'observation de la section d'un bio-composite hybride optimal après la rupture a été muséifiée à l'aide d'un microscope à balayage électronique (MEB) model Quanta 250. La figure III.23 illustre un exemple typique d'une section transversale de l'éprouvette HCE02 (Hybride composite: jute/sisal/jute) des fibres traitées par NaCHO_3 .

Cependant, le micrographe de la surface fracturée de bio-composite HCE02 traitée, a montré une bonne adhésion et une meilleure compatibilité entre les fibres et la matrice époxyde.

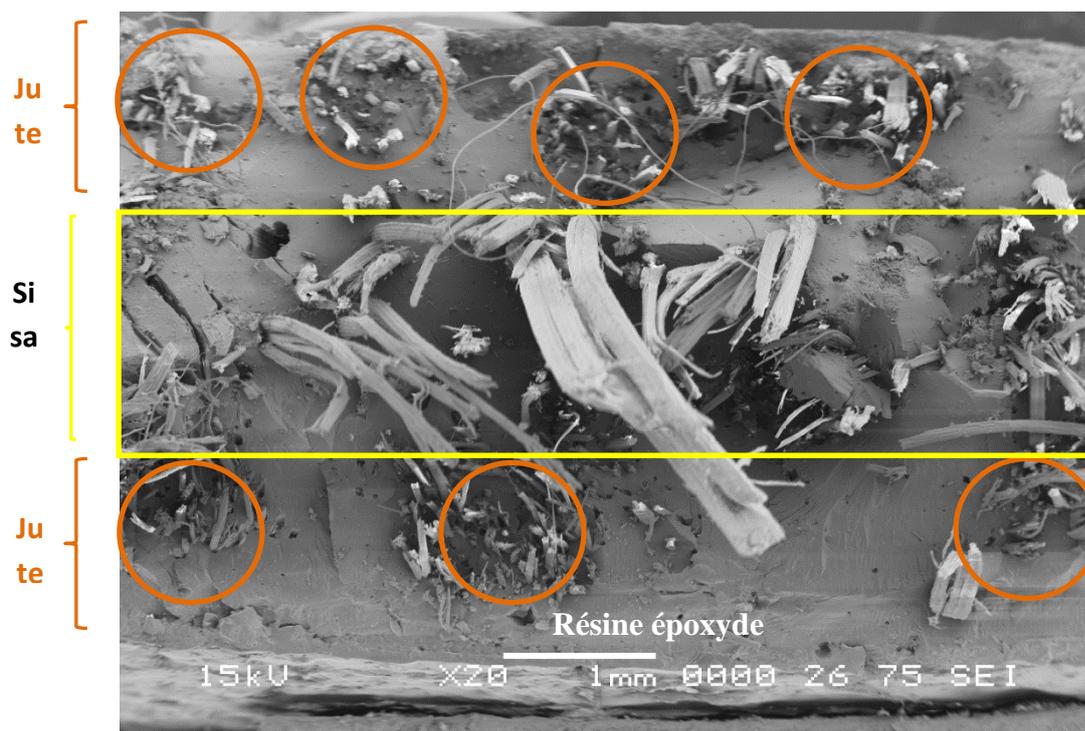


Fig. III. 23 Exemple typique d'une coupe transversale de l'éprouvette HCE02

III.6 CONCLUSION

L'étude statistique permet de déterminer les modèles mathématiques, leurs coefficients de corrélation et leurs constantes relatives. Cette technique définit le degré d'influence de chaque élément des paramètres d'entrée (X_1 : type de fibre, X_2 : type de traitement chimique, X_3 : pourcentage de fibre et X_4 : durée de traitement) sur les contraintes maximales à la rupture (σ_t et σ_f) et les modules d'élasticité (E_t et E_f) lors d'une traction simple et une flexion trois points des bio-composites à matrice polymère. Les valeurs optimales des paramètres d'entrée ont été étudiées et calculées. L'étude réalisée débouche sur les conclusions suivantes :

- ✓ les propriétés mécaniques de bio-composite testé: les contraintes maximales à la rupture (σ_t et σ_f) et les modules d'élasticité (E_t et E_f) pour les deux résines utilisées (polyester et époxyde) sont fortement influencés par le pourcentage de la fibre (X_3) par une contribution de [(74,46 et 76,33) ; (13,80 et 49,02) ; (45,78 et 48,99) et (9,99 et 42,21)]% respectivement ;
- ✓ le type de fibre (X_1) affecte les propriétés mécaniques de bio-composite (σ_t , σ_f , E_t et E_f) d'une manière remarquable pour les résines testées avec une contribution de [(0,90 et 2,15) ; (2,00 et 0,53) ; (7,50 et 12,35) et (9,82 et 0,44)]% respectivement ;

- ✓ le traitement par NaOH et par NaHCO₃ améliore l'adhérence entre la fibre et la matrice, ce qui engendre une amélioration des caractéristiques mécaniques ;
- ✓ la comparaison entre les valeurs prédites et expérimentales présente une très bonne corrélation entre les deux ;
- ✓ la connaissance de ces modèles représente un intérêt économique et industriel très importants car elle précise les conditions optimales pour le processus RDM ;
- ✓ l'optimisation par MSR des paramètres d'entrée les mieux adaptées pour les contraintes maximales à la rupture (σ_t et σ_f) et les modules d'élasticité (E_t et E_f) pour les deux résines utilisées ont été déterminées ;
- ✓ hybridation des fibres dans la même matrice engendre une amélioration remarquable des propriétés mécaniques en traction et en flexion ;
- ✓ L'ordre de plis des fibres affecte les propriétés mécaniques en flexion.

CHAPITRE IV

Chapitre I : GÉNÉRALITÉ & ÉTAT DE L'ART

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES & CARACTERISATIONS

Chapitre III : ÉTUDE STATISTIQUE ET MODELISATION

Chapitre IV : ANALYSE DU COMPORTEMENT DE BIO-COMPOSITE

IV.1	INTRODUCTION	117
IV.2	COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES EN TRACTION	117
IV.3	COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES EN FLEXION TROIS POINTS	124
IV.4	CONCLUSION	131

IV.1 INTRODUCTION

La modélisation d'un matériau est un moyen d'estimer son comportement et les lois qui le régissent. Il existe de nombreuses possibilités de modélisation qu'elles soient analytiques, numériques, statistiques ou autres. Dans ce chapitre on expose l'étude uni-factorielle afin de démontrer la relation entre chaque paramètre d'entrée (facteur ou variable) et les paramètres de sortie (ou paramètres technologiques) indépendamment des autres paramètres. Comme son nom l'indique, la méthode de variation d'un facteur consiste à étudier un phénomène ; en faisant varier un seul facteur, en maintenant les autres variables fixes. À la fin de chaque séquence, on choisit une autre variable pour examiner son effet sur le phénomène physique résultant des différentes sollicitations.

De plus, on va considérer les paramètres d'entrée optimaux, ayant été déterminés dans le chapitre III, par la fonction de désirabilité et ce, pour tester les bio-composites par la méthode uni-factorielle. Sachant que la matrice utilisée est l'époxyde avec une durée de traitement de 12 heures.

IV.2 COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES EN TRACTION

IV.2.1 Influence du type de fibre

Les résultats présentés (Fig. IV.1) montrent l'évolution des propriétés mécaniques des bio-composites (la contrainte maximale à la rupture σ_t et le module d'élasticité ou module de Young E_t) en fonction du type de fibre 'X₁', lors d'une traction simple, à 'X₂' qui correspond au bicarbonate NaHCO₃, X₃ = 15 wt. % et X₄ = 12 h.

L'analyse de l'effet du type de fibre sur les propriétés mécaniques des bio-composites, montre que ce paramètre a une influence très significative. Cela est très logique car chaque fibre possède ses propres propriétés spécifiques (cf. tableau I.5, I.7 et I.9). L'examen des résultats montre aussi que, les bio-composites renforcés par des fibres de jute donnent des propriétés mécaniques plus performantes que les autres fibres en termes de la contrainte maximale et du module d'élasticité. En pratique, la contrainte maximale à la rupture σ_t et le module d'élasticité E_t des bio-composites renforcés par des fibres de lin, jute et sisal sont de l'ordre de [(35,85 MPa et 1,54 GPa) ; (41,08 MPa et 1,66 GPa) et (29,96 MPa et 1,29 GPa)] respectivement. Les ratios des différentes comparaisons des propriétés mécaniques (σ_t et E_t)

entre les bio-composites sont : $\frac{\sigma_{jute}}{\sigma_{lin}} = 1,14$, $\frac{\sigma_{jute}}{\sigma_{sisal}} = 1,37$, $\frac{E_{jute}}{E_{lin}} = 1,07$ et $\frac{E_{jute}}{E_{sisal}} = 1,28$.

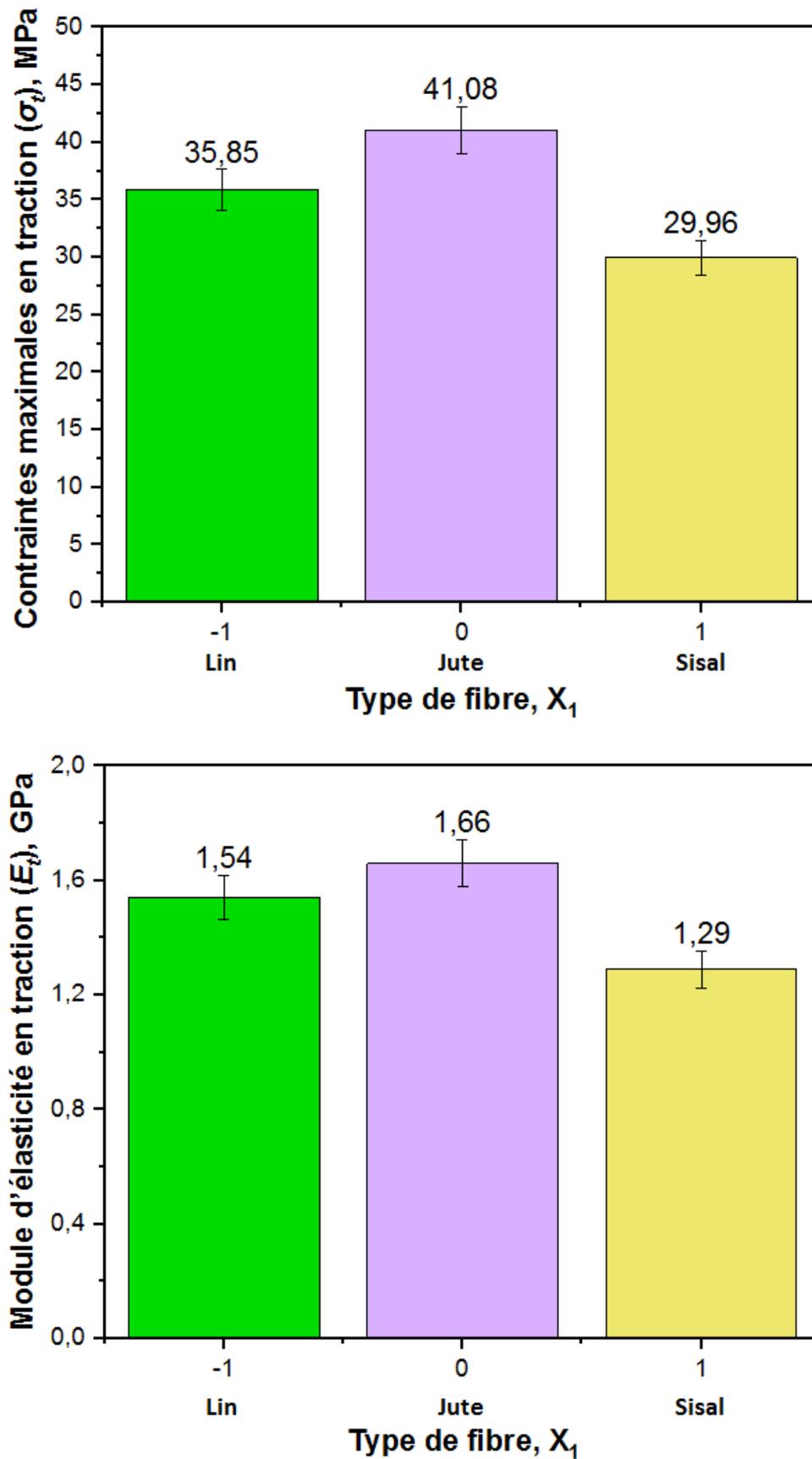


Fig. IV.1 Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de fibre ' X_1 ' lors de la traction traitée par NaHCO_3 , $X_3 = 15$ wt. % et $X_4 = 12$ h

IV.2.2 Influence du type de traitement chimique

La figure IV.2 expose l'évolution des propriétés mécaniques des bio-composites particulièrement : la contrainte maximale à la rupture (σ_t) et le module d'élasticité (E_t) en fonction des traitements chimiques 'X₂' lors de traction simple dans les conditions suivantes : le pourcentage de fibre 'X₃' = 15 wt.% et la durée de traitement 'X₄' = 12h.

À partir de cette figure (Fig. IV.2), on peut clairement remarquer que la contrainte maximale à la rupture ainsi que le module d'élasticité, de tous les bio-composites renforcés par des fibres traitées sont plus performants que mes autres bio-composites à fibre non traitée en terme contrainte maximale à la rupture et module d'élasticité. Cette amélioration est due à l'élimination de la surface externe (impureté) des fibres et par conséquent la production d'une nouvelle topographie de surface plus rugueuse. Cette dernière favorise une meilleure adhérence entre fibre et matrice. Des résultats similaires ont été discutés par Zhou [ZHO 14] et Alawar [ALA 09].

En comparant les propriétés mécaniques des bio-composites à la résine époxyde pure, on constate que, les bio-composites renforcés par des fibres non traitées enregistrent une augmentation de la contrainte maximale en traction et du module de Young par 1377 % et 1617 % respectivement.

En plus, on constate que, quel que soit le traitement des fibres (NaOH ou NaCHO₃), les propriétés mécaniques des bio-composites sont toujours plus élevées que celles des bio-composites renforcés par des fibres non traitées.

Par ailleurs, les bio-composites à fibres traitée par hydroxyde de sodium et par bicarbonate enregistrent une amélioration de contrainte maximale d'environ 10 % par rapport aux composites renforcés par des fibres non traités. Tandis que le module de Young a augmenté de 7,70 % et de 12,40 % pour les composites traités par NaOH et NaHCO₃ respectivement.

La figure IV.3 expose un exemple de morphologie de la surface superficielle des fibres traitées et non traitées de sisal. En effet, après le traitement, on constate un changement notable de la morphologie des fibres de sisal. En outre, on remarque aussi que la surface superficielle de la fibre de sisal non traitée est recouverte par les graisses et les cires, de ce fait, elle devient plus lisse. Par contre, cette douceur disparaît après le traitement des fibres, et la surface de ces dernières devient relativement plus rugueuse. Cette rugosité est probablement due à l'élimination de la pectine. En effet, plusieurs travaux [MUK 72] ont

montré que le rouissage dû à l'action par hydrolyse des enzymatiques sous l'alternance de l'humidité et de la chaleur décompose les pectines.

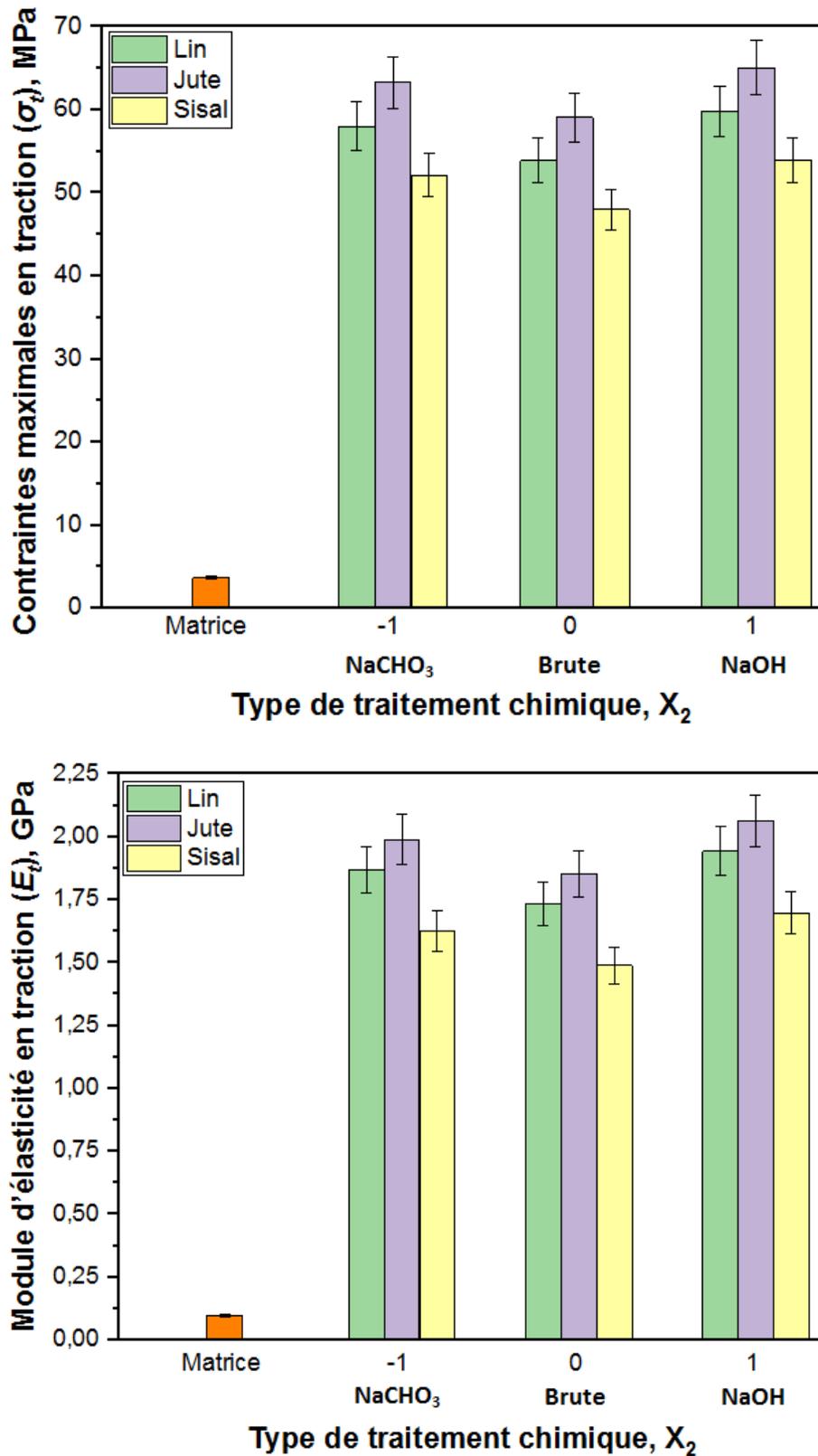


Fig. IV.2 Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de traitement (X_2) lors de la traction à $X_3 = 15$ wt.% et $X_4 = 12$ h

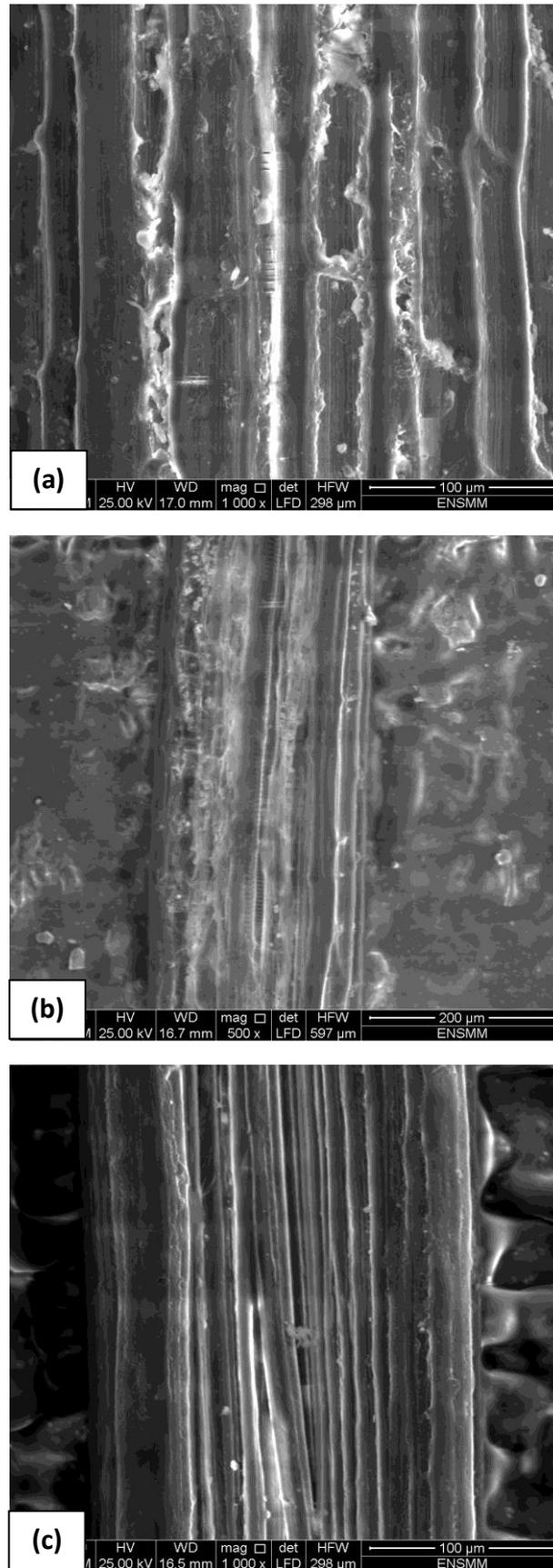


Fig. IV.3 Micrographie obtenue par MEB de la vue longitudinale de la fibre de sisal : **(a)** non traitée, **(b)** traitée par NaHCO_3 et **(c)** traitée par NaOH

IV.2.3 Influence du pourcentage de la fibre

La figure IV.4 présente l'évolution de la contrainte maximale (σ_t) et du module d'élasticité (E_t) des bio-composites (époxyde/fibres) en fonction du taux de fibres 'X₃' (ou pourcentage de fibre) testés en traction simple. Pour ce faire, on a fait varier le taux de fibre de chaque type de bio-composite par pas de 5 (10, 15 et 20 % en masse). Les autres variables sont maintenues au niveau moyen: le type de chimique 'X₂' est NaHCO₃ et la durée de traitement 'X₄' = 12 heures.

On remarque qu'avec l'augmentation du pourcentage de renforts cellulosiques 'X₃', on améliore quasi systématiquement les propriétés mécaniques des bio-composites (la contrainte maximale σ_t et le module d'élasticité E_t). Cela est dû à l'augmentation de la densité de bio-composite ainsi qu'à la réduction des zones vides entre la fibre et la résine ; ce qui nécessite l'application des contraintes à la rupture importante [ZAR 03]. Des recherches [BEN 07, COR 13 et MAD 18] se sont intéressées à l'influence de la fraction volumique des fibres sur les propriétés mécaniques des bio-composites. A titre d'exemple, Coroller et autres [COR 13] ont mis en évidence l'effet de la fraction volumique des fibres sur les propriétés mécaniques des bio-composites de polypropylènes-fibres de lin testé en traction simple. Les autres auteurs [BEN 07 et MAD 18] ont observé que les propriétés mécanique des composites (contrainte maximale et module d'élasticité) augmentent linéairement et d'une façon sensible avec l'augmentation de la fraction volumique des fibres.

En pratique, les conséquences de l'influence du pourcentage des fibres sur les propriétés mécaniques des bio-composites se présentent comme suit :

- l'augmentation du pourcentage des fibres de 10 à 20 wt.%, fait accroître les propriétés mécaniques des bio-composites (σ_t et E_t) respectivement de [$(\sigma_{t\text{-lin}} = 135,63 \%$, $\sigma_{t\text{-jute}} = 103,90 \%$ et $\sigma_{t\text{-sisal}} = 56,83 \%$) et ($E_{t\text{-lin}} = 135,63 \%$, $E_{t\text{-jute}} = 46,30 \%$ et $E_{t\text{-sisal}} = 73,79 \%$)]. Il est à noter que les propriétés mécaniques des bio-composites (σ_t et E_t) sont très affectées par le pourcentage des fibres.
- Ainsi, les valeurs maximales des propriétés mécaniques de traction (σ_t et E_t) sont de l'ordre de 58 MPa et 2 GPa, respectivement. Ces deux dernières sont atteintes dès que la fraction volumique vaut 20 %, pour le bio-composites renforcé par des fibres de jute.

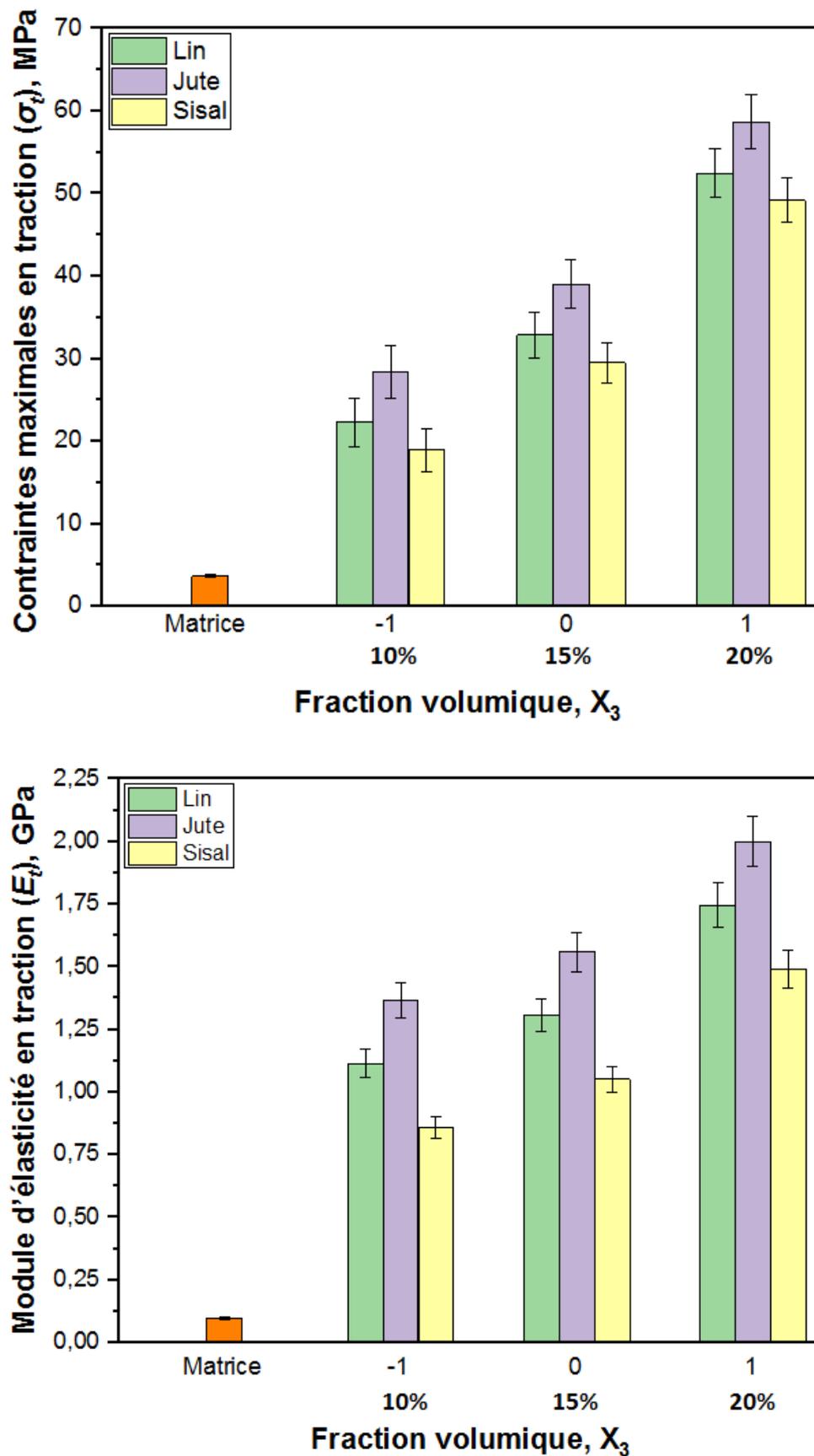


Fig. IV.4 Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du pourcentage de fibre (X_3), lors de la traction à X_2 avec NaHCO_3 et $X_4 = 12\text{h}$

IV.3 COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES EN FLEXION TROIS POINTS

Dans cette partie, le comportement en flexion trois points des bio-composites est étudié. La flexion trois points est un essai mécanique classique. Il représente le cas d'une poutre posée sur deux appuis simples et soumise à une charge concentrée transversale, appliquée au milieu de la poutre [PAR 16].

Les propriétés en flexion représentent la flexibilité d'un matériau, ainsi, la bonne résistance à la flexion indique que le matériau peut supporter des charges extérieures, (rigides) tout en ayant une bonne dureté [SHE 12].

IV.3.1 Influence du type de fibre

Les résultats obtenus (Fig. IV.5) illustrent l'évolution de la contrainte maximale à la rupture en flexion (σ_f) et le module d'élasticité (E_f) en fonction du type de fibre (lin, jute et sisal) lors de la flexion simple à X_3 (le pourcentage de fibre) = 15 wt.% et X_4 (la durée de traitement) = 12h.

D'après cette figure, on remarque que le comportement en flexion simple est similaire à celui observé durant l'essai de traction. Ces résultats indiquent aussi, que les bio-composites renforcés par des fibres de jute, présentent les meilleures performances, en terme de la contrainte maximale à la rupture et du module d'élasticité en flexion. Les bio-composites renforcés par des fibres de sisal sont en deuxième position et en dernier lieu figurent les bio-composites renforcés par des fibres de lin. A ce titre, les ratios des propriétés mécaniques des bio-composites sont: $\sigma_{Lin} = 1,43 \sigma_{Jute}$, $E_{Lin} = 1,89 E_{Jute}$, $\sigma_{Sisal} = 1,61 \sigma_{Jute}$ et $E_{Lin} = 2 E_{Sisal}$ respectivement. Ces valeurs s'obtiennent grâce à la rigidité et le diamètre de la fibre ainsi que l'adhérence à l'interface fibre-matrice. Des résultats similaires ont été obtenus par Justin Merotte et autres [MER 18].

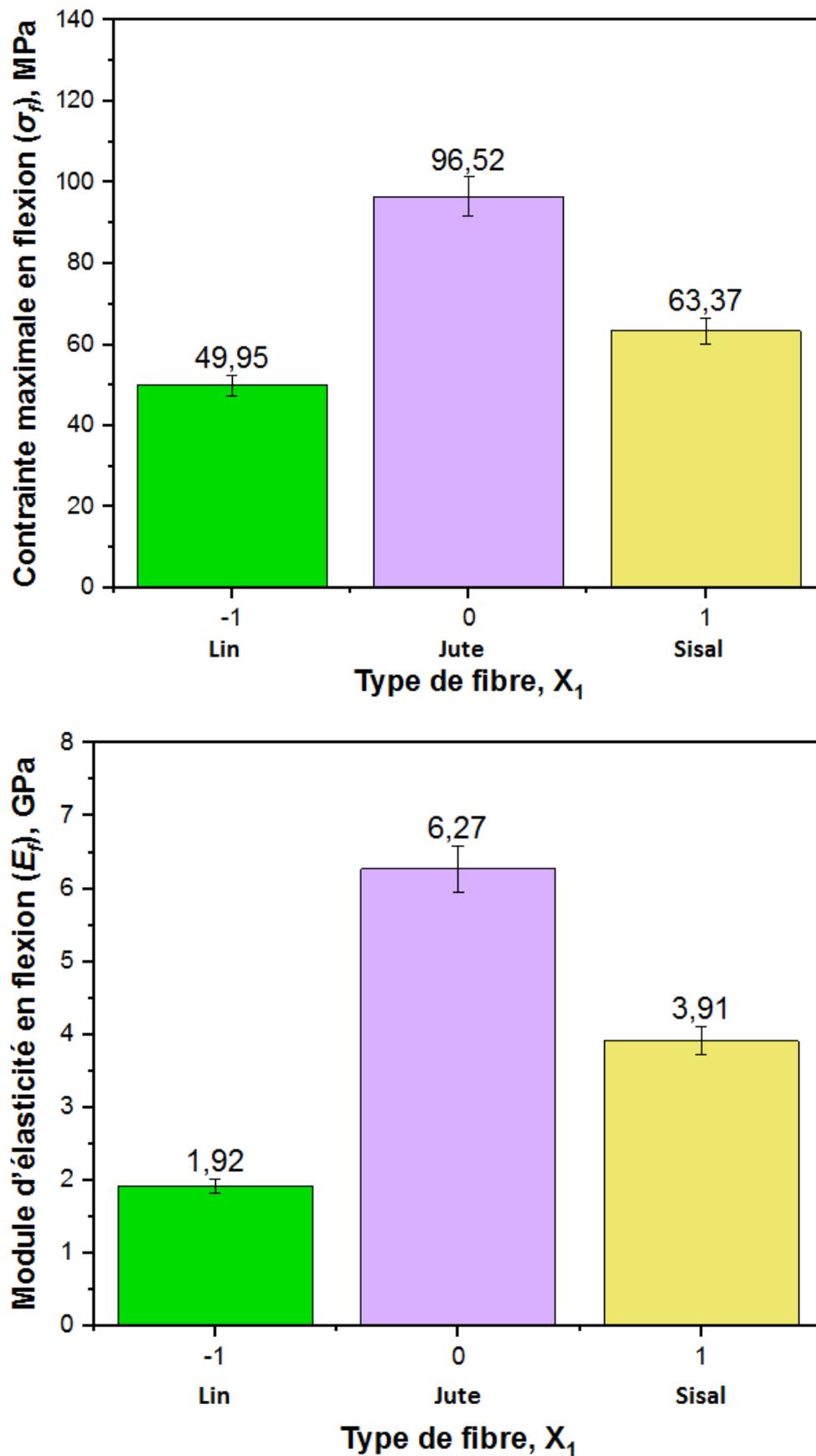


Fig. IV.5 Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de fibres (X_1) lors de la traction à $X_2 = \text{NaHCO}_3$, $X_4 = 15 \text{ wt. \%}$ et $X_4 = 12\text{h}$

IV.3.2 Influence du type de traitement chimique

Les propriétés mécaniques des matériaux composites dépendent de la nature des fibres et du polymère ainsi que de la qualité d'interface fibre-matrice [ZYL 11]. Les fibres végétales sont hydrophiles, car elles sont composées de lignocelluloses, qui contiennent des groupes hydroxyles. Ces fibres sont donc incompatibles avec les thermoplastiques. Pour cela, la modification de la surface des fibres est généralement nécessaire afin d'améliorer leur adhésion avec la matrice polymérique.

La figure IV.6 donne l'évolution des propriétés mécaniques en flexion trois points des bio-composites (matrice époxyde) renforcés par des fibres de lin, jute et sisal non traitées et traitées par NaOH ou NaHCO₃ dans les conditions suivantes : X₃ = 20 wt. % et X₄ = 12 heures.

Les propriétés mécaniques des bio-composites, à partir des fibres traitées, sont plus élevées que celles des bio-composites renforcés par des fibres non traitées à cause de la teneur en cellulose qui est plus élevée dans les fibres traitées. Cependant, ces dernières deviennent plus polaires que les fibres non traitées, d'où l'amélioration de la compatibilité entre les fibres et la matrice époxyde [ARB 05 et KAR 07].

Pour les bio-composites renforcés par des fibres non traitées de lin, jute et sisal, leurs résistance maximale à la flexion (σ_f) a augmenté de 224,86 %, 469,06 % et 295,23 % respectivement comparée à la résine époxyde pure (19,07 MPa). Le module de flexion moyen (E_f) des bio-composites à fibres de lin, jute et sisal non traitées a augmenté aussi de 628,29 %, 1869,49 % et 1196,40 % par rapport à celui de la résine pure (0,35 GPa).

De la même manière, les bio-composites à fibres traitées (lin, jute et sisal) enregistrent une amélioration respective de 76,37 % ; 31,73 % et 57,34 % par rapport à ceux non traitées (33,10 ; 79,67 et 46,52 MPa). Le module de Young en flexion des composites renforcés par les fibres traitées de lin, jute et sisal offrent aussi une augmentation supplémentaire respectivement de 61,87 % ; 14,8 % et 25,19 % par rapport à ceux non traités (1,36 ; 5,71 et 3,35) GPa. Ces résultats s'expliquent par le fait que les traitements éliminent les impuretés de la surface des fibres, donnant ainsi une bonne adhésion inter-faciale et un bon mouillage [HAQ 18].

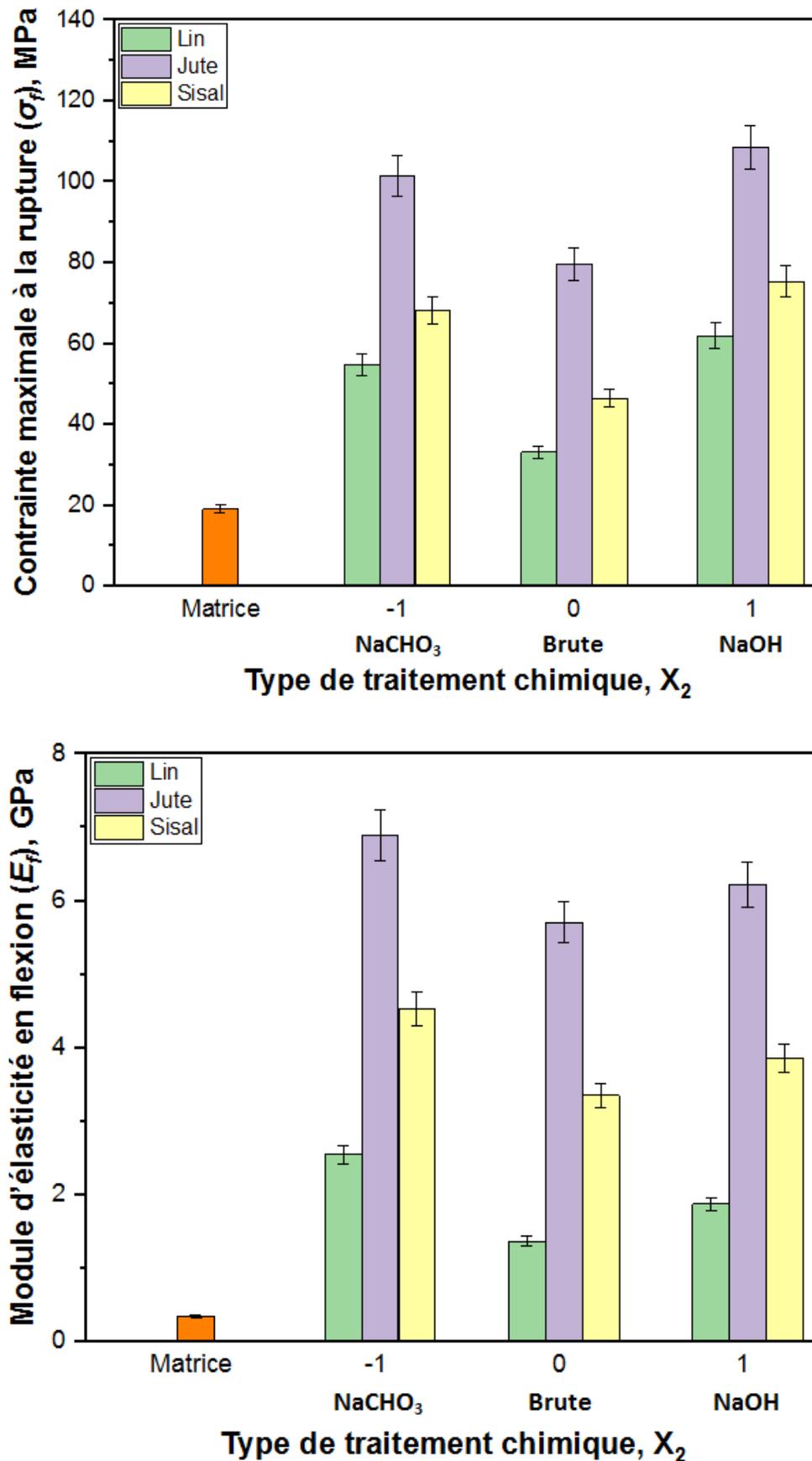


Fig. IV.6 Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du type de traitement (X_2) lors de la traction à $X_3 = 15$ wt. % et $X_4 = 12$ h

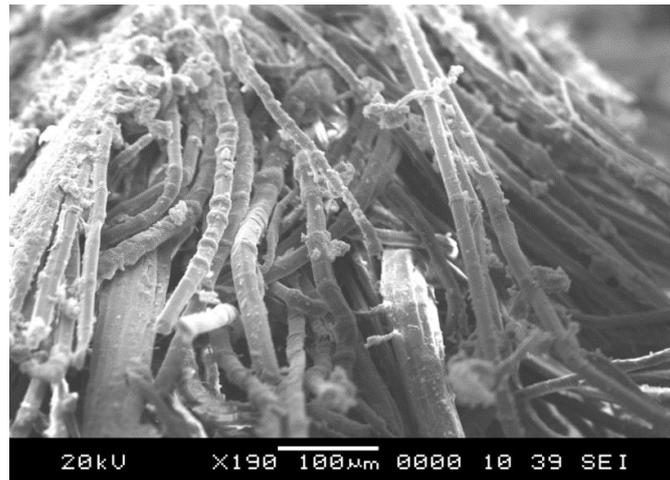


Fig. IV.7 Image obtenue par MEB d'un bio-composite renforcé par des fibres de lin traitées par NaHCO_3



Fig. IV.8 Image obtenue par MEB d'un bio-composite renforcé par des fibres de jute traitées par NaHCO_3



Fig. IV.9 Image obtenue par MEB d'un bio-composite renforcé par des fibres de sisal traitées par NaHCO_3

Un exemple typique des images obtenues par MEB des bio-composites renforcés par les fibres traitées à la soude NaOH et par les fibres traitées par bicarbonate NaCHO₃ sont illustrées par les figures IV.7 à IV.9. Ces images montrent clairement l'adhérence fibres-matrice. On distingue des surfaces de la matrice fissurées et des particules détachées de la matrice qui s'accrochent bien aux fibres après leurs ruptures. D'autre part, on peut trouver des fibres cassées lors de la fracture de l'éprouvette. Cela confirme que l'adhérence entre la fibre traitée par la soude et le bicarbonate est très forte.

IV.3.3 Influence du pourcentage de fibre

Des essais de flexion en trois points ont été réalisés afin de caractériser le comportement mécanique des bio-composites renforcés par des fibres de lin, jute et sisal traitées par NaCHO₃. C'est la raison pour laquelle, on va présenter l'effet du pourcentage de fibres sur les propriétés mécaniques (contrainte maximale à la rupture et module d'élasticité en flexion). En effet, pour étudier l'influence du pourcentage de fibre sur les propriétés de bio-composite, on a fait varier le taux de fibre de chaque type de bio-composite (10 ; 15 et 20 % en masse). Par contre, les autres variables sont maintenues au niveau moyen: le type de chimique 'X₂' est NaHCO₃ et la durée de traitement 'X₄' = 12 heures.

Les propriétés mécaniques en flexion trois points des bio-composites montrent que lorsque le pourcentage de fibre augmente, le bio-composite possède une contrainte maximale à la rupture et un module d'élasticité plus élevés, mais un allongement à rupture faible similairement au comportement en traction (Fig. IV.10).

Les valeurs maximales des propriétés mécaniques de flexion (σ_f et E_f) sont de l'ordre de [$(\sigma_{f\text{-lin}} = \text{MPa}, \sigma_{f\text{-jute}} = \text{MPa}$ et $\sigma_{f\text{-sisal}} = \text{MPa})$ et ($E_{f\text{-lin}} = \text{GPa}, E_{f\text{-jute}} = \text{GPa}$ et $E_{f\text{-sisal}} = \text{GPa})$]. Ces dernières sont enregistrées pour une fraction volumique de 20 %, lorsqu'on utilise des bio-composites renforcés par des fibres de jute. L'influence du pourcentage de fibre sur les propriétés mécaniques (σ_f et E_f) sont : l'augmentation du pourcentage de fibre de 10 à 20 wt.%, accroît les propriétés mécaniques pour les trois bio-composites [$(\sigma_{f\text{-lin}} = 93,51, \sigma_{f\text{-jute}} = 56,86$ et $\sigma_{f\text{-sisal}} = 108,02)$ et ($E_{f\text{-lin}} = 132,61, E_{f\text{-jute}} = 29,81$ et $E_{f\text{-sisal}} = 51,45$] %. Il est à noter que les propriétés mécaniques des bio-composites sont très affectées par la variation de la fraction volumique de fibre, cette augmentation provient du renforcement apporté par les fibres, ce qui permet un bon transfert des contraintes de la matrice aux fibres. La même conclusion a été rapportée par les auteurs [RAO 10, FUN 02, RAN 99, PRA 11 et VIL 10].

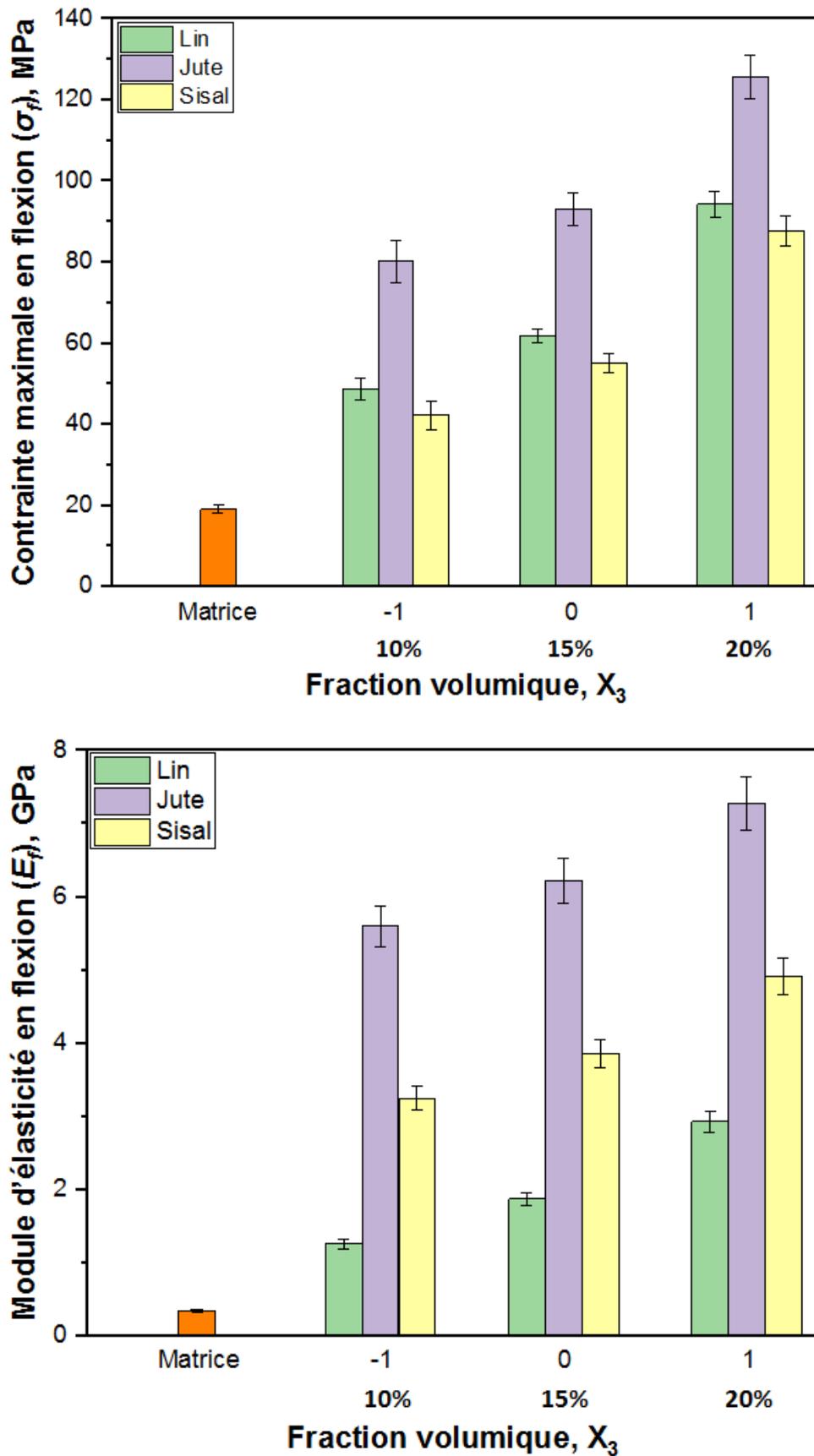


Fig. IV.10 Évolution de la contrainte maximale et du module d'élasticité en fonction du pourcentage de fibre (X_3) lors de la flexion à $X_2 = \text{NaHCO}_3$ et $X_4 = 12\text{h}$

IV.4 CONCLUSION

Les propriétés mécaniques des bio-composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être influencées par le type de fibre (X_1), le type de traitement chimique (X_2) et par le pourcentage de fibre (X_3). On s'est intéressé à l'influence de ces éléments sur les propriétés mécaniques des bio-composites polymère/fibres naturelles (lin, jute et sisal). De ce fait, il ressort que :

- pour toutes les conditions de travail et quel que soit le type de chargement appliqué, la variation du pourcentage de la fibre présente à un effet très significatif sur les propriétés mécaniques des bio-composites étudiés ;
- les fibres traitées par NaOH ou NaCHO₃ augmentent les propriétés mécaniques (contraintes à rupture et modules élastiques) des bio-composites par rapport aux fibres non traitées car l'adhérence inter-faciale et les liaisons intermoléculaires entre les fibres et la matrice sont améliorées. Ceci est dû à l'augmentation du taux de cellulose, après le traitement chimique et à la compatibilité entre les fibres et la matrice. Ces modifications de surface jouent un rôle majeur dans la liaison entre la matrice et les fibres lors de l'élaboration de matériaux composites, et peuvent ainsi influencer considérablement leurs propriétés mécaniques;
- quel que soit les propriétés des bio-composites (contraintes à rupture et modules élastiques), l'utilisation des fibres de jute traitée donne les meilleures propriétés mécaniques;
- les observations au MEB confirment que l'adhérence entre la fibre traitée et la matrice est forte, ce qui conduit à l'amélioration des propriétés mécaniques du matériau.

CONCLUSION GENERALE

La disponibilité des fibres renouvelables encourage l'exploitation de ces dernières dans l'industrie actuelle, sous forme des renforts. La variété des propriétés mécaniques des fibres naturelles peuvent être expliquée par la variation des diamètres, la stabilité thermique, le niveau de cristallisation de fibre ainsi que les différentes modifications de surface (traitement chimique appliqué) et les additifs ajoutés aux matériaux composites.

D'après ce travail, on a pu d'une part classer et modéliser les différents paramètres tels que le type de fibre 'X₁', le type de traitement chimique 'X₂', le pourcentage de fibre 'X₃' et la durée de traitement 'X₄' influençant les paramètres technologiques étudiés (la contrainte maximale en traction σ_t , le module de Young en traction E_t , la contrainte maximale en flexion σ_f et le module de Young en flexion E_f), d'une part. D'autre part, à partir de cette modélisation, une optimisation de ces derniers a été effectuée en utilisant la fonction désirabilité et réaliser et confirmer ces résultats.

Grâce à ces résultats obtenus, les conclusions suivantes pourraient être tirées :

- ✓ à partir des images de MEB, le traitement chimique par NaOH et bicarbonate de sodium rend les fibres plus rugueuses, suite à l'élimination des cires, pectines et hémicellulose ;
- ✓ d'après la caractérisation mécanique en traction des fibres de sisal, jute et lin, on a remarqué que la contrainte maximale et le module de Young de ces dernières varient en fonction de la longueur de fibre. D'autre part, on remarque aussi une dispersion des résultats à cause de l'anisotropie des fibres (niveau de cristallisation, diamètre et procédés d'extraction) ;
- ✓ la meilleure contrainte maximale à la traction des fibres a été enregistrée par les fibres de jute pour une longueur de 10 mm avec 248,02 MPa. Contrairement au module de Young, le meilleur résultat est enregistré pour une longueur de 10 mm de la fibre de lin (14,02 GPa) ;
- ✓ la caractérisation des matrices polyester et époxy utilisées opte aux résultats suivant : ces dernières enregistrent une contrainte maximale à la traction et un module de Young de [17,36 et 3,63 MPa] et [0,69 et 0,098 GPa] respectivement. Par contre, la résine époxyde présente des allongements trois fois plus importants que ceux de la résine polyester ;

- ✓ l'analyse de la variance ANOVA indique que le pourcentage de fibre est le paramètre le plus significatif que tous les paramètres technologiques étudiés (la contrainte maximale en traction σ_t , la contrainte maximale en flexion σ_f , le module de Young en traction E_t et le module de Young en flexion E_f) avec une contribution de [(74,46 et 76,33) ; (13,80 et 49,02) ; (45,78 et 48,99) et (9,99 et 42,21)]% respectivement. Le type de fibre (X_1) affecte les propriétés mécaniques de bio-composite (σ_t , σ_f , E_t et E_f) d'une manière remarquable pour les résines testées avec une contribution de [(0,90 et 2,15) ; (2,00 et 0,53) ; (7,50 et 12,35) et (9,82 et 0,44)]% respectivement. Le type de traitement chimique vient en troisième position avec une contribution minimale. Par contre, la durée de traitement chimique n'a pas d'effet significatif, comparativement aux autres paramètres ;
- ✓ les courbes comparatives des valeurs expérimentales et prédites, par les modèles mathématiques, donnent une très bonne corrélation, cela s'explique vraisemblablement par les valeurs du coefficient de corrélation R^2 , qui est de l'ordre de plus de 90%, pour σ_t , σ_f , E_t et E_f des résines testés ;
- ✓ trois optimisations ont été effectuées dans le but de maximiser les performances mécaniques en traction, flexion et en traction/flexion ;
- ✓ les conditions optimales enregistrées pour la première optimisation sont : 20% de renforcement avec 72% des fibres de jute et 28% des fibres de lin, traitées par NaHCO_3 pendant 4h14 min, pour la résine époxyde et 74% des fibres de jute et 26% des fibres de lin traitées par bicarbonate pendant 4h28 min ;
- ✓ les paramètres optimaux en flexion sont : le taux de renforcement de 20% (87% jute et 13% sisal pour la résine époxy et polyester) avec un traitement chimique par NaHCO_3 pendant 5h55 min et 11h41 min, pour la résine époxyde et polyester respectivement ;
- ✓ les valeurs optimales expérimentales et prédites par optimisation sont très proches, avec une erreur très faible : 4,50% pour la contrainte maximale en traction, 5,60% pour le module de Young en traction, environ de 5,89 % pour la contrainte maximale en flexion et 5,34 % pour le module d'élasticité en flexion ;
- ✓ pour le cas d'optimisation des paramètres technologiques en flexion, la notion des plis est introduite et cinq configurations sont testées : aléatoire, empilement jute/sisal/jute, sisal/jute/sisal, jute/lin/jute et lin/jute/lin ;
- ✓ les meilleurs résultats sont enregistrés pour la configuration jute/sisal/jute pour la résine époxyde et lin/jute/lin pour la résine polyester ;

- ✓ les composites renforcés par les fibres de jute présentent les meilleures performances mécaniques en traction et flexion ;
- ✓ le traitement chimique par NaOH et NaHCO₃ engendre une augmentation des caractéristiques mécaniques de 10 % pour la contrainte maximale à la traction, de 10,05 % pour le module de Young, environ 55,16 % pour la contrainte maximale à la flexion et 33,95 % pour le module de Young en flexion ;
- ✓ l'augmentation du taux de chargement (jusqu'à 20 %) provoque une augmentation des performances mécaniques par rapport à la résine pure ($\sigma_t = 98,78 \%$, $E_t = 85,24 \%$, $\sigma_f = 234,21 \%$ et $E_f = 1338,76 \%$).

Perspectives

Le travail réalisé dans cette thèse peut être enrichi et développé davantage. Il serait très intéressant :

- ✓ d'étudier le comportement en fatigue des combinaisons optimales réalisées.
- ✓ d'étudier le comportement tribologique des composites.
- ✓ d'introduire la notion d'hybridation par les fibres synthétiques.
- ✓ L'introduction des résines biodégradables.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [ALA 09] A. Alawar, A. M. Hamed, K. Al-kaabi, characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement. *Composite :Part B*. Vol. 40,pp. 601-606 (2009).
- [AMA 05] K. Amar Mohauty, M. Manjusri, Lawrence et T. Dizal, *Natural Fibers, Biopolymers and bio composites*, 1st Edition, eBook ISBN: 9780429211607 (2005).
- [AMR 15] S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, F. Scarpa, S. Rahatekar et A. Imad, Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera L.*). *Composites: Part A*. Vol. 71, pp. 95–106 (2015).
- [AOU 16] H. Aouici, M. Elbah, MA. Yallese, B. Fnides, I. Meddour et S. Benlahmidi, Performance comparison of wiper and conventional ceramic inserts in hard turning of AISI 4140 steel: analysis of machining forces and flank wear. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. Vol. 87(5–8), pp. 2221–2244 (2016).
- [AOU 12] H. Aouici, MA. Yallese, K. Chaoui, T. Mabrouki et J-F. Rigal, Analysis of surface roughness and cutting force components in hard turning with CBN tool: prediction model and cutting conditions optimization. *Measurement*. Vol. 45, pp. 344–353 (2012).
- [ARB 05] A. Arbelaiz, B. Fernandez, G. Cantero, R. Llano-Ponte, A. Valea et I. Ondragon, Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization; *Composites: Part A*. Vol. 36, pp. 1637–1644 (2005).
- [ARU 19] A. Premnath, Impact of surface treatment on the mechanical properties of sisal and jute reinforced with epoxy resin natural fiber hybrid composites. *Journal of Natural Fibers*. Vol. 16(5), pp. 718–728 (2019).
- [ASH 09] A. Ashori, A. Nourbakhsh, Characteristics of woof-fiber plastic coposites made of recycled materials, *Waste Management*. Vol.29, pp.1291-1295 (2009).
- [BAL 04] C. Baley, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. *Techniques de l'Ingénieur*. Ref. AM. 5 130, 15 pages (2004).
- [BED 19] A. Bedjaoui, A. Belaadi, S. Amroune et B. Madi, Impact of surface treatment of flax fibers on tensile mechanical properties accompanied by a statistical study. *International Journal of Integrated Engineering*. Vol. 11(6), pp. 010–017 (2019).
- [BEL 15] A. Belaadi, *Elaboration et caractérisation des matériaux bio composites*. Thèse de doctorat. Université 08 Mai 1945 de Guelma (2015).
- [BEL 13] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak et F. Scarpa, Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres. *Materials and Design*, 46:76-83 (2013).
- [BEN 07] **S. BenBrahim et R. BenCheikh, Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite, *Composites Science and Technology*. Vol. 67, Issue 1, pp. 140-147 (2007).**

- [BER 10] JM. Berthelot, Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures, 5 ème édition (2010).
- [BIS 15] S. Biswas, S. Shahinus, M. Hasan et Q. Ahsan, Physical, Mechanical and Thermal proprieties of jute and bamboo fiber reinforced unidirectional epoxy composites, Procedia Eengeneering. Vol.105, pp 933-939 (2015).
- [BOO 13] M. Boopalan, M. Niranjanaa, MJ. Umopathy, Study on the mechanical properties and thermal properties of jute and banana fiber reinforced epoxy hybrid composites. Composites: Part B. Vol. 51, pp. 54–57 (2013).
- [BOU 11] S. Bouzouita, Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel (2011).
- [BOU 04] P-E. Bourban, L. Carlsson, JA. Manson et J-P. Mercier, Matériaux composites à matrice organique : Constituants, procédés, propriétés. 1 er édition, eBook ISBN: 2-88074-528-4 (2004).
- [BOX 51] GEP. Box et KB. Wilson, On the experimental attainment of optimum conditions, Journal of the Royal Statistical Society: Series B (Methodological). Vol. 13(1), pp. 1–45 (1951).
- [CHA 18] V. Chaudhary, P. Kumar, B. et S. Maheshwari, Studies on Mechanical and Morphological Characterization of Developed Jute/Hemp/Flax Reinforced Hybrid Composites for Structural Applications. Journal of Natural Fibers. Vol. 15(1), pp. 80–97 (2018).
- [CHA 05] P. Chagnon. Les plans d'expériences (partie 2), Article réalisé par un membre de la Commission de Normalisation AFNOR X06E : Méthodes statistiques (2005).
- [CHA 04] FS. Chakar et A.J. Ragauskas, Review of current and future softwood kraft lignin process chemistry, Industrial Crops and Products. Vol. 20, pp. 131–141 (2004).
- [CHE 18] J. Chen, Y. Zou, H. Ge , Z. Cui et S. Liu, Mechanical and water absorption behaviors of corn stalk/sisal fiber-reinforced hybrid composites. Journal of Applied Polymer Science. Vol. 145(36), pp. 1–7 (2018).
- [COL 98] JR. Collier et JB. Collier, Process for obtaining cellulosic fiber bundles at least 2, 5 cm long from plant stalk rind. U.S. Patent N 5718802 (1998).
- [COR 13] **G. Coroller, A. Lefeure, A. L. Duigo, A. Bourmaund, G. Ausias, T. Gaudry et C. Baley, Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. Vol. 51, pp. 62-70 (2013)**
- [DAY 18] AQ. Dayo, A. Zegaoui, AA. Nizamani, S. Kiran, J. Wang, M. Derradji, W. Cai et W-B. Liu, The influence of different chemical treatments on the hemp fiber/polybenzoxazine based green composites: Mechanical, thermal and water absorption properties. Materials Chemistry and Physics. Vol. 217, pp. 270–277 (2018).
- [DRO 97] J-J Droesbeke, G. Saporta, J. Fine. Plans d'expériences : Applications à l'entreprise. Editions TECHNIP (1997).
- [DUT 04] C. Dutriez, Corrélation entre les propriétés électriques et mécaniques des polymères : influence de la température. Thèse de doctorat, école

- doctorante des matériaux de Lyon (2004).
- [FEN 01] C.X. Feng. An experimental study of the impact of turning parameters on surface roughness. Proceedings of the 2001, Industrial Engineering Research Conference, Paper N° 2036 (2001).
- [FEN 19] L. Feng Ng, SD. Malingam, MZ. Selamat, Z. Mustafa et O. Bapokutty, A comparison study on the mechanical properties of composites based on kenaf and pineapple leaf fibres. Polymer Bulletin. Vol. 77, pp. 1449–1463 (2019).
- [FIO 17] V. Fiore, T. Scalici et A. Valenza, Effect of sodium bicarbonate treatment on mechanical properties of flax-reinforced epoxy composite materials. Journal of Composite Materials, vol. 0(0), pp. 1–12 (2017).
- [FIO 16] V. Fiore, T. Scalici, F. Nicoletti, G. Vitale, M. Prestipino et A. Valenza, A new eco-friendly chemical treatment of natural fibres: Effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites. Composites Part B Engineering. Vol. 85, pp. 150–160 (2015).
- [FUN 02] KL. Fung, RKY. Li et SC. Tjong, Interface modification on the properties of sisal fiber-reinforced polypropylene composites. Journal of Applied Polymer Science. Vol. 85, pp. 169–176 (2002).
- [GAS 99] J. Gassan et A.K. Bledzki, Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibers. Composites Science and Technology. Vol. 59, pp. 1303–1309 (1999).
- [GOU 06] F. Gouanvé, S. Marais et M. Métayer, Composites polyester insaturé renforcés par des fibres de lin. Composites et Matériaux Avancées. Vol.16, pp. 117–128 (2006).
- [GOU 14] C. Gourier, A. Duigou, A. Bourmaud et C. Baley, Mechanical Analysis of elementary flax fiber tensile properties after different thermal cycles. Composites : part A (2014).
- [GOU 96] J. Goupy. La méthode des plans d'expériences – Optimisation du choix des essais & de l'interprétation des résultats. Dunod (1996).
- [GOR 11] L. Gornet, Généralités sur les matériaux composites ; HAL Id: cel-00470296 (2011) : <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00470296v1>
- [GUP 14] M. K. Gupta et R. K. Srivastava, Tensile and flexural properties of sisal fibre reinforced epoxy composite: A comparison between unidirectional and mat form. Procedia Materials Science. Vol. 5, pp. 2434–2439 (2014).
- [HAQ 18] M. M. Haque et M. Hasan, Influence of fiber surface treatment on physico-mechanical properties of betel nut and glass fiber reinforced hybrid polyethylene composites. Advances in Materials and Processing Technologies (2018).
- [JEY 19] R. Jeyapragash, V. Srinivasan, S. Sathiyamurthy, Mechanical properties of natural fiber/particulate reinforced epoxy composites – A review of the literature. Today: Proceedings (2019).
- [JYU 18] J-K. Huang et W-B. Young, The mechanical, hygral, and interfacial strength of continuous bamboo fiber reinforced epoxy composites.

- Composites Part B (2018).
- [KAM 11] A. Kamoun, MM. Chaabouni et HF. Ayedi, Plans d'expériences et traitements de surface Méthodologie des surfaces de réponses (MSR). Techniques de l'Ingénieur. M 1429, pp. 1–24 (2011).
- [KAR 07] M. Karina, H. Onggo et A. Syampurwadi, Physical and mechanical properties of natural fibers filled polypropylene composites and its recycle; Journal of biological sciences. Vol. 7, pp. 393–396 (2007).
- [KHA 02] M. Kharoubi, Contribution à l'étude expérimentale et numérique de stratifiés croisés à renfort unidirectionnel. Mémoire magister. Université 8 Mai 1945 (2002).
- [KUR 99] J. Kuruvilla, D. Romildo, J. Beena, Th. Sabu et H. Laura, A review on Sisal fiber reinforced polymer composites, Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental. Vol. 3(3), pp.367–379 (1999).
- [LIB 14] L. Yan, N. Chouw et K. Jayaraman, Flax fibre and its composites – A review. Composites Part B: Engineering. Vol. 56, pp. 296–317 (2014).
- [MAD 18] B. Madhusudhan Reddy, Y. Venkata Mohana Reddy et B. Chandra Mohan Reddy, Effect of alkali treatment on mechanical, water absorption and chemical resistance properties of cordia- dichotoma fiber reinforced epoxy composite. International Journal of Applied Engineering Research. Vol. 13(6), pp. 3709–3715 (2018).
- [MAN 20] A. Manral, F. Ahmad et Vijay Chaudhary, Static and dynamic mechanical properties of PLA bio-composite with hybrid reinforcement of flax and jute. Materials Today: Proceedings. Vol. 25(4), pp. 577–580 (2020).
- [MAR 20] L. Martha Sanchez, W. Patino et J. Cardenas, Physical-mechanical properties of bamboo fibers-reinforced biocomposites: Influence of surface treatment of fiber. Journal of Building Engineering. Vol. 28, 101058 (2020).
- [MEC 15] H. Mechakra, A. Nour, S. Lecheb et A. Chellil, Mechanical characterizations of composite material with short Alfa fibres reinforcement. Composite Structures. Vol. 124, pp. 125–162 (2015).
- [MER 18] J. Merotte, A. le Duigou, A. Kervoelen, A. Bourmaud, K. Behlouli, O. Sire, C. Baley, Flax and hemp nonwoven composites: The contribution of interfacial bonding to improving tensile properties. Polymer Testing (2018).
- [MIC 03] F. Michaud, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post fromage. Thèse Phd, université Laval (2003).
- [MIR 07] J. Mirbagheri, M. Tajvidi, I. Ghasemi et JC. Hermanson, Prediction of the Elastic Modulus of Wood Flour/Kenaf Fibre/Polypropylene Hybrid Composites. Iranian Polymer Journal. Vol. 16(4): 271–278 (2007).
- [MOH 05] AK. Mohanty, M. Misra, LT. Drzal, Selke, BR. Harte et G. Hinrichsen, Natural fibres, biopolymers and biocomposites. An Introduction, In biopolymers and biocomposites. CRC Press LLC, Boca Raton (FL), pp. 1–36 (2005).

- [MOU 08] S. Mouhoubie, Caractérisation de l'interface d'un composite a fibre végétale/ polypropylène, thèse de magister, université Farhat Abas, Sétif (2008).
- [MUK 72] JJ. Mukherjee, Long vegetable fibres. *Textile Progress*, vol. 4: pp. 8–9 (1972).
- [MYE 02] R.H. Myers, D.C. Montgomery, *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*, 2nd ed., John Wiley and Sons, Inc.: New York, (2002).
- [NAS 16] M. Nasihatgozar, V. Daghigh, TE. Lacy, Jr., H. Daghigh, K. Nikbin et A. Simoneau, Mechanical characterization of novel latania natural fiber reinforced PP/EPDM composites. *Polymer Testing*. Vol. 56, pp. 321–328 (2016).
- [NTE 07] R. Netenga. Modélisation multi-échelles et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites. Thèse de doctorat en mécanique, université de Yaoundé I (2007).
- [OLE 99] PO. Olesen et DV. Plackett, Perspectives on the performance of natural plant fibres presented at natural fibres performance forum, Plant Fibre Products. Essentials for the Future. Copenhagen, Denmark, May 27–28, (1999).
- [OUD 08] A. El Oudiani, Y. Chaabouni, S. Msahli, F. Sakli. Crystalline Character of Agave americana L. Fibers. *Textile Research Journal*, vol. 78: pp. 631–644 (2008).
- [PAR 16] T. Paris, Etude expérimentale de la résistance à la flexion et du module d'élasticité par un test de flexion de 10 composites «bulk-fill». Thèse de doctorat en mécanique, université de Nice-Sophia Antipolis (2016).
- [PIC 08] KL. Pickering, *Properties and performance of natural fibre composites*. Cambridge England. ISBN: 978-1-42007794-0 (2008).
- [PIL 94] M. Pillet. *Introduction aux plans d'expériences par la méthode Taguchi*. Les Editions d'Organisation Université (1994).
- [POI 93] J. Poirier. *Analyse de la variance et de la régression. Plans d'expérience. Techniques de l'Ingénieur*. R 260, pp. 1-21 (1993).
- [POL 14] <<http://fr.wikipedia.org/wiki/Polyester> > dernier accès: [30.04.14].
- [PRA 19] GLE. Prasad, BE. Megha et BSK. Gowda, Study of mechanical characteristics of banana and jute fiber reinforced polyester composite. *Mechanics of Composite, Hybrid and Multifunctional Materials*. Vol. 5, pp. 23–29 (2019).
- [PRA 11] A.V. Ratna Prasad et K. Mohana Rao, Mechanical properties of natural fibre reinforced polyester composites: Jowar, sisal and bamboo. *Materials and Design*, vol. 32, pp. 4658–4663 (2011).
- [PUJ 14] Satish Pujari, A. Ramakrishna and M. Suresh kumar, Comparison of jute and Banana fiber composites: A Review (2014).
- [PRA 16] N. Prasad, V. K. Agarwal et S. Sinha, Hybridization effect of coir fiber on physicomechanical properties of polyethylene-banana/coir fiber hybrid

- composites (2016).
- [RAO 10] K. Murali Mohan Rao, K. Mohana Rao et A.V. Ratna Prasad, Fabrication and testing of natural fibre composites: Vakka, sisal, bamboo and banana. *Materials and Design*. Vol. 31, pp. 508–513 (2010).
- [RAN 99] AK. Rana, BC. Mitra et AN. Banerjee, Short jute fiber-reinforced polypropylene composites: dynamic mechanical study; *Journal of Applied Polymer Science*. Vol. 71, pp. 531–539 (1999).
- [REN 05] J. Renard, *Elaboration microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère*, Paris France. ISBN 2-7462-0955-1 (2005).
- [ROQ 76] KG. Roquemore, Hybrid designs for quadratic response surfaces. *Technometrics*, Vol. 18(4), pp. 419–423 (1976).
- [ROY 12] S. Roy et LB. Lutfar, Bast fibres: jute. *Handbook of Natural Fibres (Second Edition)*. Vol. 1, pp. 39–59 (2012).
- [SAH 10] P. Saha, S. Manna, S. Roy Chowdhury, R. Sen, D. Roy, et B. Adhikari, Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibres by alkali-steam treatment. *Bioresour. Technology*, vol. 101, pp. 3182–3187 (2010).
- [SAR 18] N. H. Sari , I.N.G. Wardana, Y. S. Irawan et E. Siswant, Characterization of the Chemical, Physical, and Mechanical Properties of NaOH-treated Natural Cellulosic Fibers from Corn Husks. *Journal of Natural Fibers*, (2018).
- [SAX 11] S. Saxena, J. Chen et R. Dibble, Maximizing power output in an automotive scale multi-cylinder homogeneous charge compression Ignition (HCCI) engine. *SAE Technical Paper 2011-01-0907* (2011).
- [SCH 98] P. Schimmerling, J-C Sisson, A. Zaïdi. *Pratique des plans d'expériences*. Lavoisier (1998).
- [SHE 12] **Y. El-Shekeil, S. Sapuan, k. Abdan, S. Zainudin, Influence of fiber content on the mechanical and thermal properties of Kenaf fiber reinforced thermoplastic polyurethane composites. *Materials & Design*. Vol. 40. pp, 299-303 (2012).**
- [SMI 05] R. Smith, *Biodegradable polymers for industrial applications*. Cambridge England ISBN: 0-8493-3466-7 (2005).
- [SOL 11] M. Sola, *Caractérisation de matériaux composites à structure sandwich comportant des modifications*. Mémoire de Maîtrise ès sciences appliquées, Ecole polytechnique de Montréal, Canada (2011).
- [SUR 14] SM. Suresh kumar, D. Duraibabu et K. Subramanian, Studies on mechanical, thermal and dynamic mechanical properties of untreated (raw) and treated coconut sheath fiber reinforced epoxy composites. *Materials & Design*. Vol. 59, pp. 63–69 (2014).
- [TON 09] GHD. Tonoli, UP. Rodrigues Filho H. Savastano Jr., J. Bras, MN. Belgacemd et FA. Rocco Lahr, Cellulose modified fibres in cement based composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. Vol. 40(12), pp. 2046–2053 (2009).
- [VIE 18] Janaína da S. Vieira, Felipe PD. Lopes, Ygor M. de Moraes, Sergio N. Monteiro, Frederico M. Margem, JI. Margem et D. Souza, Comparative

- Mechanical Analysis of Epoxy Composite Reinforced with Malva/Jute Hybrid Fabric by Izod and Charpy Impact Test. *The Minerals, Metals & Materials Society*. pp. 177–183 (2018).
- [VIL 10] F. Vilaseca, A. Valadez-Gonzalez, P.J. Herrera-Franco, M. Àngels Pèlach, J.P. López et P. Mutjé, Biocomposites from abaca strands and polypropylene. Part I: Evaluation of the tensile properties. *Bioresource Technology*. Vol. 101, pp. 387–395 (2010).
- [VIV 02] S. Vivier. Stratégies d’optimisation par la méthode des plans d’expériences et Application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis. Thèse de doctorat. Université des Sciences et Technologies de Lille (2002).
- [YAH 11] L. Yahyaoui, caractérisation d’un composite à la rupture à base des fibres végétale (Diss), these de magister, u,iversité farhat abas, setif, (2011).
- [ZAR 03] CN. Zarate, MI. Aranguren et MM. Reboredo, Influence of fiber volume fraction and aspect ratio in resol–sisal composites. *Journal of Applied Polymer Science*. Vol. 89(10), pp. 2714–2722 (2003).
- [ZHO 14] F. Zhou, G. Cheng, B, Jiang, Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers. *Applied Surface Science*. Vol 292, pp. 806-812 (2014).
- [ZYL 11] K. Mylsamy et I. Rajendran, Influence of alkali treatment and fibre length on mechanical properties of short Agave fibre reinforced epoxy composites. *Materials and Design*. Vol. 32, pp. 4629–4640 (2011).

Annexe A1

PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

Publications Internationales

1. L'article intitulé: Flexural mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites – a statistical investigation, a été publié dans la revue «Fibers and Polymers » (Springer), DOI 10.1007/s12221-020-1299-1. Volume 21(10), pp 2321–2337(2020)». <https://link.springer.com/article/10.1007/s12221-020-1299-1>
Auteurs : **A. Benkhelladi**, H. Laouici, A. Bouchoucha et Y. Mouadji
2. L'article intitulé: Tensile and flexural properties of polymer composites reinforced by flax, jute and sisal fibres, a été publié dans la revue «International Journal of Advanced Manufacturing Technology (Springer), <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05427-2>. Volume 108(3): pp. 895–916 (2020)». <http://link.springer.com/article/10.1007/s00170-020-05427-2>
Auteurs : **A. Benkhelladi**, H. Laouici et A. Bouchoucha

Communications Internationales

1. 4th International Symposium on Materials and sustainable development, Boumerdes, 12-14 Novembre 2019 (Algérie), par la communication suivante: Étude expérimentale et statistique des composites à matrice polymère renforcés par les fibres de jute en flexion. <http://www.urmpe.dz>
Auteurs : **A. Benkhelladi**, H. Aouici et A. Bouchoucha
2. Fifth International Conference on Energy, Materials Applied Energetics and Pollution, Constantine, 22-24 Octobre 2019 (Algérie), par la communication suivante: Étude des caractéristiques mécaniques en traction d'un bio composite renforcé en fibre de sisal, utilisation de la méthodologie de surface de réponse. <http://www.umc.edu.dz>
Auteurs : **A. Benkhelladi**, H. Laouici, A. Bouchoucha, L. Bouchelouh et L. Sahli
3. 2nd International Workshop on structural Mechanics and Materials, Batna 2, 17-18 Décembre 2018 (Algérie), par la communication suivante: Evaluation des performances mécaniques en traction d'un composite à matrice polymère en utilisant la Méthodologie des Surfaces de Réponse : modélisation, classification et optimisation. <https://fr.scribd.com/document/431667635/workshop-batna>
Auteurs : **A. Benkhelladi**, H. Aouici et A. Bouchoucha

ANNEXE A2

ANALYSE DE LA VARIANCE

L'analyse de la variance est appelée « Analysis of Variance » dans la littérature anglo-saxonne ; son appellation est couramment abrégée en ANOVA. D'une façon générale, en matière de régression, le principe de l'analyse de la variance est de subdiviser la variation totale en une composante factorielle relative à l'équation de régression ou au modèle utilisé, et une composante résiduelle, la première devant être testée par rapport à la deuxième.

Les composantes factorielle et résiduelle seront mathématiquement représentées par des carrés moyens, c'est-à-dire des variances. En définitive, l'intérêt de l'analyse de variance est de pouvoir tester de manière absolue l'influence des facteurs sur les variations d'une réponse donnée [VIV 02].

A2.1 Carrés moyens des facteurs et des interactions

La variance des facteurs s'obtient en calculant la somme des carrés des écarts (*SCE*) que l'on divise par le nombre de degrés de liberté (*ddl*) associé au facteur *f* considéré. Le nombre de degrés de liberté *ddl_f* associé à un facteur *f* est le nombre de niveaux (de valeurs distinctes) qu'il prend lors de la réalisation du plan, minoré de 1. On a donc dans tous les cas :

$$ddl_i = Nn_i - 1 \quad (\text{A2.1})$$

Dans le cas des plans factoriels complets, on a l'égalité :

$$\prod_{i=1}^k Nn_i = N \quad (\text{A2.2})$$

La somme des carrés des écarts associée au facteur *f* vaut :

$$SCE_f = \nu_f \cdot \sum_{i=1}^{Nn_f} [(E_f)_{f=i}]^2 = \nu_f \cdot \sum_{i=1}^{Nn_f} (\bar{y}_i - \bar{y})^2 \quad (\text{A2.3})$$

avec :

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i \quad \text{la moyenne des réponses ;}$$

$$\nu_f = \frac{N}{Nn_f} \quad \text{le nombre d'expériences pour lesquelles le facteur } f \text{ prend un de ses } Nn_f \text{ niveaux (} \nu_f \text{ est identique pour tous les niveaux du facteur pour les plans orthogonaux) ;}$$

y_i la moyenne des réponses observées pour les expériences où le facteur *f* prend son *i*^{ème} niveau.

Pour les interactions mettant en jeu les facteurs f et g , la somme des carrés des écarts vaut :

$$SCE_{fg} = \delta_{fg} + \sum_{i=1}^{Nn_i} \sum_{j=1}^{Nn_j} [y_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_j + \bar{y}]^2 \quad (\text{A2.4})$$

avec :

$$\delta_{fg} = \frac{N}{Nn_f \times Nn_g} \quad \begin{array}{l} \text{le nombre d'expériences pour lesquelles le facteur } f \text{ prend un de ses} \\ Nn_f \text{ niveaux et lorsque le facteur } g \text{ adopte un de ses } Nn_g \text{ niveaux ;} \end{array}$$

$$\bar{y}_{ij} \quad \begin{array}{l} \text{la moyenne des réponses observées pour les expériences où le facteur} \\ f \text{ prend son } i^{\text{ème}} \text{ niveau, et où le facteur } g \text{ prend son } j^{\text{ème}} \text{ niveau ;} \\ \text{lorsqu'il n'y a que 2 facteurs et aucune répétition d'expériences, on a} \\ \bar{y}_{ij} = y_{ij} \end{array}$$

Le calcul des degrés de liberté d'une interaction est le produit des ddl des facteurs mis en jeu dans cette interaction. La généralisation aux interactions d'ordre supérieur se fait de la même façon.

On déduit alors la valeur des carrés moyens, associés au facteur ou à l'interaction considéré(e) x , comme étant :

$$CM_x = \frac{SCE_x}{ddl_x} \quad (\text{A2.5})$$

Pour 2 facteurs, on peut écrire la décomposition suivante :

$$y_{ij} - \bar{y} = (\bar{y}_i - \bar{y}) + (\bar{y}_j - \bar{y}) + (y_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_j + \bar{y}) \quad (\text{A2.6})$$

On réalise alors une somme sur i et j , des 2 côtés de l'égalité mis préalablement au carré. La somme se fait ainsi sur les niveaux de tous les facteurs. On aboutit alors à l'équation de variance, démontrant l'additivité des sommes des carrés des écarts (membre de droite) :

$$SCE_t = \sum_{i=1}^{Nn_i} \sum_{j=1}^{Nn_j} [y_{ij} - \bar{y}]^2 = \sum SCE_x \quad (\text{A2.7})$$

avec :

SCE_t : la somme des carrés des écarts totale ;

SCE_x : (x désignant un facteur ou une interaction) la somme des carrés factorielle.

Enfin, notons la relation donnant entre autre la valeur de ddl_t : le nombre de degrés de liberté total :

$$ddl_t = \sum_{\text{facteurs}} ddl_i + \sum_{\text{interactions}} ddl_i \quad (\text{A2.8})$$

Il y a donc également additivité des *ddl*. Pour les plans orthogonaux, on a $ddl_t = N-1$.

A2.2 VARIANCE RESIDUELLE

Lorsqu'il existe une erreur expérimentale non nulle, l'équation de variance fait apparaître un nouveau terme appelé communément *variance résiduelle* (SCE_r) :

$$SCE_t = \sum SCE_x + \sum SCE_r \quad (A2.9)$$

La détermination de SCE_r est nécessaire puisqu'elle intervient dans les tests composant l'analyse de variance. En effet, c'est à cette variance résiduelle que les SCE_x sont comparées afin de déterminer les caractères significatifs des facteurs et des interactions x . La variance résiduelle est un point de comparaison. Elle doit traduire une variation des valeurs de réponse, dont l'amplitude est arbitrairement considérée comme faible. Tout facteur influent doit donc posséder des caractéristiques fortement différenciées de celles de cette composante.

Dans le cas des expériences réelles, la variance résiduelle est prise comme étant un estimateur de la variance expérimentale, qui traduit la variabilité inhérente des résultats sur plusieurs réalisations d'expériences identiques. Cependant, l'utilisation d'expériences virtuelles exclut cette possibilité. Dans le même temps, l'équation de variance doit toujours être vérifiée : la variance résiduelle (SCE_r) est dans tous les cas une composante de la somme des carrés des écarts totale (SCE_t).

La variance résiduelle est le plus souvent calculée comme étant la *somme des carrés des résidus*, i.e. des écarts entre réponses mesurées (y) et réponses calculées (y_{mod}) correspondantes [PIL 94 et SCH 98].

Il s'agit donc de :

$$SCE_r = \sum_{i=1}^N \left[y(i, \mathbf{x}) - y_{\text{mod}}(i, \mathbf{x}) \right]^2 \quad (A2.10)$$

Calculer SCE_r de cette manière permet en définitive de tester le caractère significatif des facteurs et des interactions et dans le même temps d'évaluer la qualité du modèle utilisé (y_{mod}). Cette solution n'est pas applicable lors de l'utilisation de plans saturés (plans factoriels par exemple).

Dans ces cas précis, certains auteurs [GOU 96 et DRO 97] proposent la construction de la variance résiduelle à partir des interactions dont les variances (carrés moyens) sont les

plus faibles ; leurs valeurs doivent être du même ordre de grandeur. Le calcul de la variance résiduelle (ou carrés moyens résiduels) peut alors s'écrire comme :

$$CM_r = \frac{SCE_r}{ddl_r} = \frac{\sum_i SCE}{\sum_i ddl} \quad (\text{A2.11})$$

Les sommes des carrés des écarts (SCE) et les nombres de degrés de liberté (ddl) se rapportant aux interactions choisies. Cette solution permet de retrouver la première écriture de l'équation de variance vue précédemment :

$$CM_r = \frac{SCE_r}{ddl_r} = \frac{\sum_i SCE}{\sum_i ddl} \quad (\text{A2.11})$$

De manière générale, si une telle variance résiduelle ne peut être construite, il est inutile de calculer l'ANOVA : ses résultats seraient inexploitables.

Par exemple, si les effets des interactions sont du même ordre de grandeur que ceux des facteurs principaux, ce dernier mode de construction de SCE_r devient inapplicable car il n'est alors plus possible d'assimiler la variance construite à une composante résiduelle ou de bruit.

A2.3 TEST DE FISHER-SNEDECOR

Le test de Fisher-Snedecor permet de comparer 2 variances, par utilisation de la loi statistique dite de Fisher (ou loi F). Celle-ci travaille sur un quotient de variances et prend en compte le nombre de degrés de liberté de chacune d'elles. Les variances concernées doivent être celles de variables aléatoires à distribution normale et à variances constantes.

On calcule alors le ratio suivant, pour le facteur considéré :

$$F_{obs} = \frac{CM_x}{CM_r} \quad (\text{A2.12})$$

La variance associée au facteur ou à l'interaction étudié(e) (CM_x) peut être considérée comme égale à la variance résiduelle (CM_r) si le rapport F_{obs} est faible, i.e. inférieur à une valeur seuil statistique. On définit ainsi l'hypothèse statistique H_0 , selon laquelle l'affirmation précédente est vraie. Si c'est le cas, F_{obs} est alors une valeur observée d'une variable F de Fisher-Snedecor, à ddl_f et ddl_r degrés de liberté.

L'hypothèse H_0 doit être rejetée au niveau, lorsque :

$$P(F \geq F_{obs}) \leq \alpha \quad (\text{A2.13})$$

Ou, de manière équivalente, quand :

$$P_{obs} \geq F_{1-\alpha} \quad (A2.14)$$

A2.4 TABLEAU D'ANALYSE DE LA VARIANCE

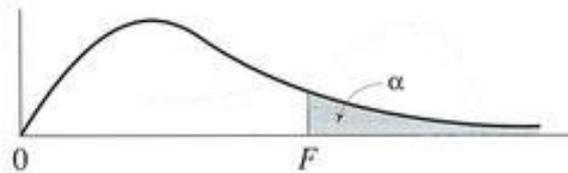
Il est courant d'utiliser un tableau réunissant les résultats des calculs précédents. Il peut prendre la forme suivante :

Sources de variation	<i>ddl</i>	Somme des carrés des écarts	Carrés moyens	F-value	Prob.	Source influente?
facteur 1	<i>ddl</i> ₁	<i>SCE</i> ₁	$CM_1 = SCE_1 / ddl_1$	CM_1 / CM_r	<i>P</i> (<i>F</i> ≥ <i>F</i> _{obs})	<i>P</i> < α ?
...		
facteur <i>f</i>	<i>ddl</i> _{<i>f</i>}	<i>SCE</i> _{<i>f</i>}	$CM_f = SCE_f / ddl_f$	CM_f / CM_r		
...		
facteur <i>k</i>	<i>ddl</i> _{<i>k</i>}	<i>SCE</i> _{<i>k</i>}	$CM_k = SCE_k / ddl_k$	CM_k / CM_r		
interaction <i>fg</i>	<i>ddl</i> _{<i>fg</i>}	<i>SCE</i> _{<i>fg</i>}	$CM_{fg} = SCE_{fg} / ddl_{fg}$	CM_{fg} / CM_r		
...						
Variation résiduelle	<i>ddl</i> _{<i>r</i>}	<i>SCE</i> _{<i>r</i>}	$CM_r = SCE_r / ddl_r$			
Totaux	<i>ddl</i> _{<i>t</i>}	<i>SCE</i> _{<i>r</i>}				

ANNEXE A3

F-TABLEAU

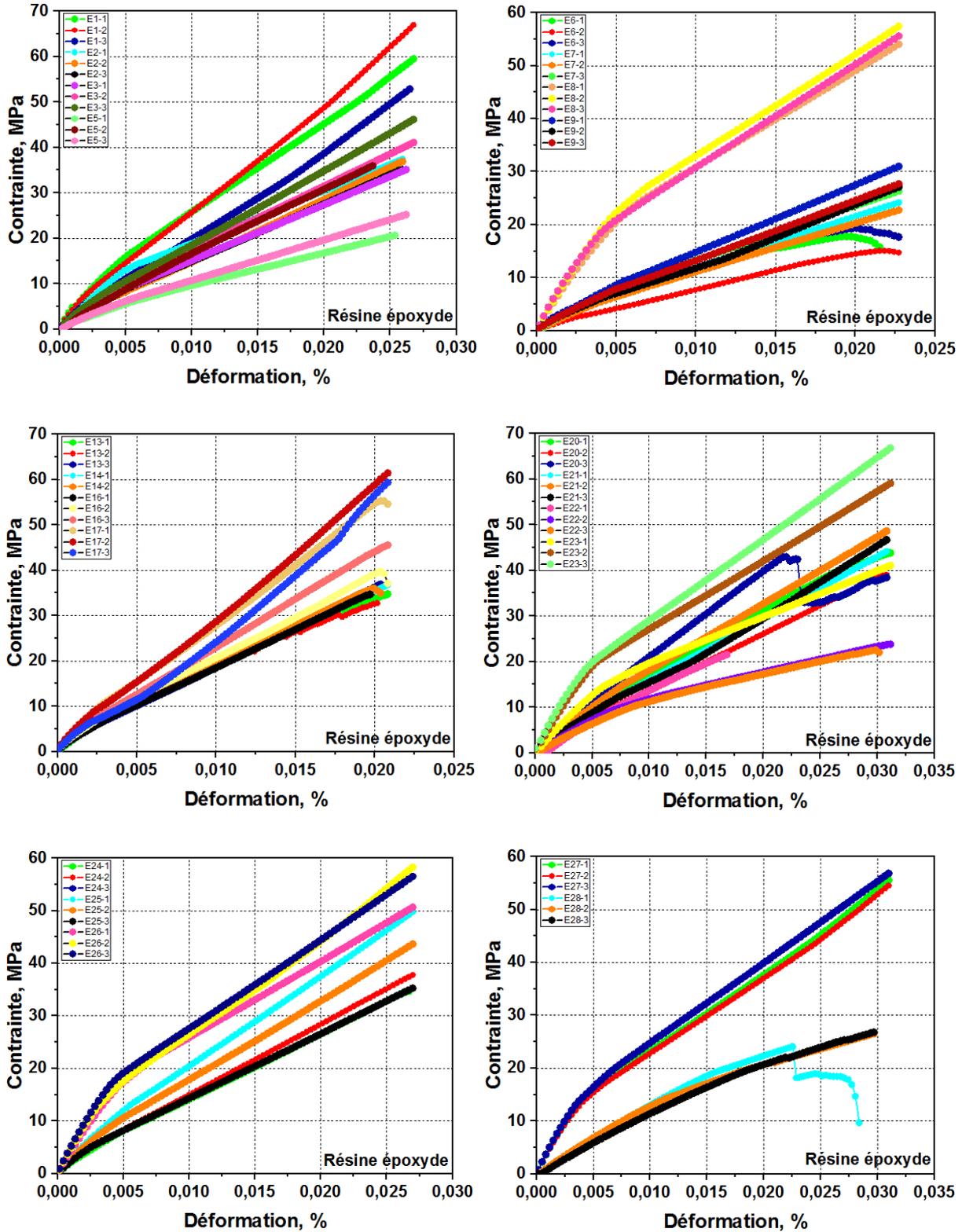
Table F : valeurs critiques de la distribution F

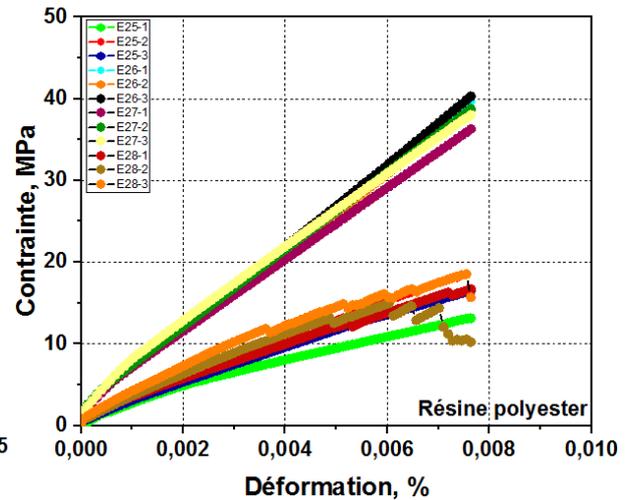
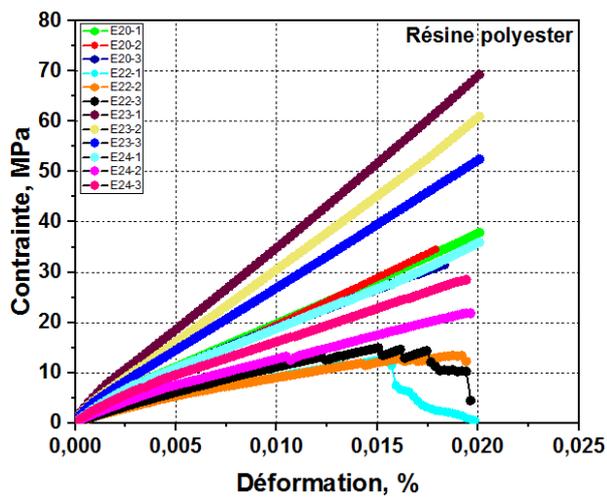
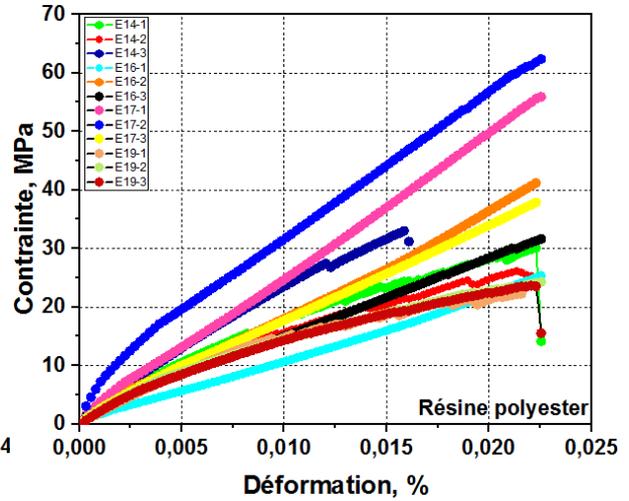
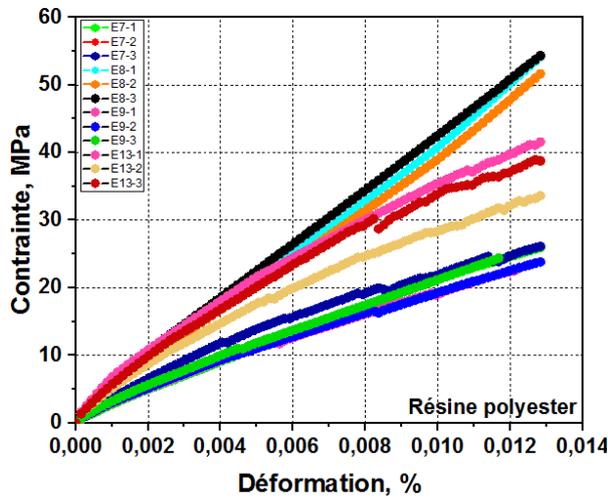
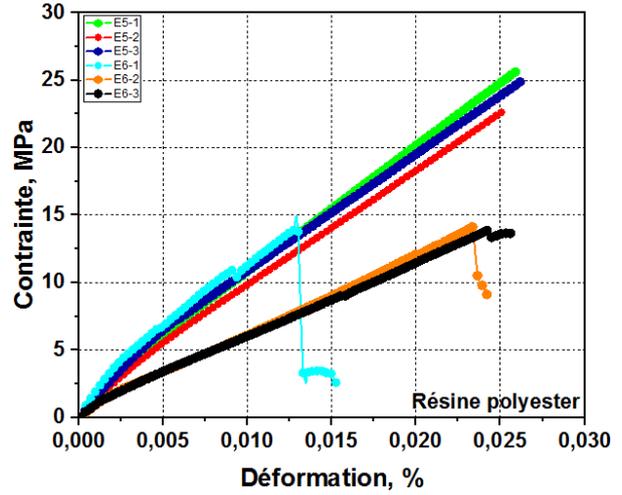
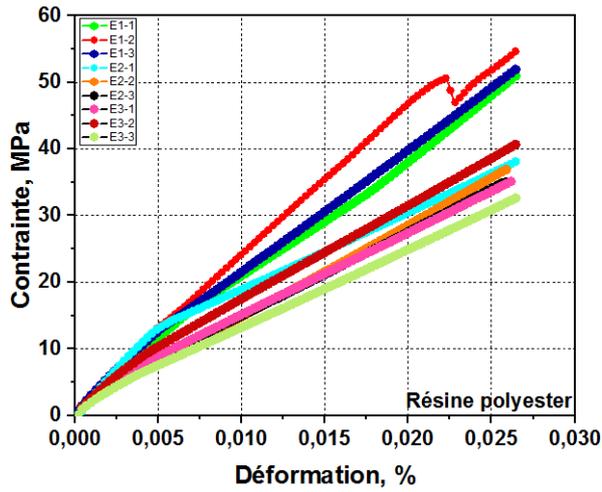
TABLE 1 $\alpha = .05$

	Degrés de liberté pour le numérateur														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	25	30	
Degrés de liberté pour le dénominateur	1	161.4	199.5	215.8	224.8	230.0	233.8	236.5	238.6	240.1	242.1	245.2	248.4	248.9	250.5
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.43	19.44	19.46	19.46	19.47
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.70	8.66	8.63	8.63	8.62
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.86	5.80	5.77	5.77	5.75
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.62	4.56	4.52	4.52	4.50
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	3.94	3.87	3.83	3.83	3.81
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.51	3.44	3.40	3.40	3.38
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.22	3.15	3.11	3.11	3.08
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.01	2.94	2.89	2.89	2.86
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.85	2.77	2.73	2.73	2.70
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.72	2.65	2.60	2.60	2.57
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.62	2.54	2.50	2.50	2.47
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.53	2.46	2.41	2.41	2.38
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.46	2.39	2.34	2.34	2.31
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.40	2.33	2.28	2.28	2.25
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.35	2.28	2.23	2.23	2.19
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.31	2.23	2.18	2.18	2.15
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.27	2.19	2.14	2.14	2.11
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.23	2.16	2.11	2.11	2.07
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.20	2.12	2.07	2.07	2.04
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.15	2.07	2.02	2.02	1.98
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.11	2.03	1.97	1.97	1.94
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.07	1.99	1.94	1.94	1.90
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.04	1.96	1.91	1.91	1.87
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.01	1.93	1.88	1.88	1.84
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	1.92	1.84	1.78	1.78	1.74
50	4.03	3.18	2.79	2.56	2.40	2.29	2.20	2.13	2.07	2.03	1.87	1.78	1.73	1.73	1.69
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.84	1.75	1.69	1.69	1.65
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.18	2.09	2.02	1.96	1.91	1.75	1.66	1.60	1.60	1.55
200	3.89	3.04	2.65	2.42	2.26	2.14	2.06	1.98	1.93	1.88	1.72	1.62	1.56	1.56	1.52
500	3.86	3.01	2.62	2.39	2.23	2.12	2.03	1.96	1.90	1.85	1.69	1.59	1.53	1.53	1.48
1000	3.85	3.01	2.61	2.38	2.22	2.11	2.02	1.95	1.89	1.84	1.68	1.58	1.52	1.52	1.47

Annexe A4

Courbes contrainte-déformation en traction pour les deux résines utilisées





Annexe A5

Courbes contrainte-déformation en flexion pour les deux résines utilisées

