

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE

UNIVERSITE ABBES LAGHROUR
KHENCHELA

FACULTE DES SCIENCES & DE
TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE INDUSTRIEL



جامعة عباس لغرور خنشلة

كلية العلوم والتكنولوجيا

قسم الهندسة الصناعية

SCIENTIFIQUE

No. Réf. :/ /2023

Mémoire

Présenté par : **Bouguettaya Samia & Abdi Wafa**

Pour obtenir le diplôme de **MASTER (LMD)**

OPTION : Génie des procédés de l'environnement

Thème

Prédiction de l'absorption de l'eau par les composites (époxy - %liège) en utilisant la méthode de surface de réponse

Soutenu le 19/06/2023 devant la commission d'examen composée de :

| | | |
|----|------------------------------|----------------------|
| M. | Dr. A. Makhloufi | Président |
| M. | Dr. Makhlouf Azzedine | Directeur du Mémoire |
| M. | Dr R. Kihal | Examinateur |

Année universitaire 2023/2022



Dédicace

A ma chère « أمي »

A mon cher « أبي »

Qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance.

Ce travail est le fruit de la rigueur de leur éducation.

J'espère qu'ils y trouveront toute ma reconnaissance

Et tout mon amour.

De celle qui reste, quelque part en eux

Et quelque part en elle,

Leur fille,

Merci tout simplement d'être mes parents

A mon très cher frère Aziz,

Merci d'être toujours à mes côtés par votre présence et votre amour

Pour donner du goût et du sens à notre vie de famille.

A mes chères sœurs Sarah, Siham, Aicha.

A mes fils de mon frère Youness, Islam

A ma grande famille Abdi et mes proches relatives

A mes amis et tous qu'ils ont été derrière moi,

Qui m'ont soutenu,

Et m'ont toujours aidé.



Dédicace



J'ai le plaisir de dédier ce modeste travail,

A mon très cher Père El Sifi

Papa aujourd'hui c'est notre grand jour

Le jour que tu as tant attendu

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime,

Le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour toi. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation.

Je t'aime PAPA

A ma mère khadheda

Merci maman Je te remercie pour tous les efforts et sacrifices consentis pour nous tes enfants. Merci pour tes prières. Que Dieu puisse te garder longtemps à nos côtés.

Je t'aime maman

A mes frères Taki, Haroun, A mes sœur KHAWELEA, Nour El houda, Lamiss, Sadjida, Yasmine qui sont toujours là pour moi, et qui donné à moi un magnifique modèle de labeur et de persévérance.

A toute ma famille du côté paternel et maternel je vous aime

A mes camarades de la promotion et mes enseignants

A mon binôme Wafa je te souhaite une vie plein de bonheur, de

Prosperité et de résiste.

A tous ceux, qui d'une manière ou d'une autre ont contribué à l'aboutissement de ce travail.



SAMIA



Remerciement



Pour sa bénédiction

*Nous remercions Allah, le tout puissant pour sa bonté, pour sa miséricorde et pour sa clémence
Qui nous donnons l'honneur d'être parmi les êtres qui ont eu la chance de savoir lire et écrire et donne
aboutissement à ce modeste mémoire*

Nous adressons mes remerciements à notre encadreur le Prof.

Dr Makhlouf Azzedine ces conseils et ces disponibilités et ces aides bénéfique.

*Nous remercions chaleureusement (Dr R. Kihal ma donne la chance de
Continue notre carrière à l'université et qui nous fait l'honneur d'accepter d'être la présidente de jury
Dèce mémoire.*

*Nous remercions plus particulièrement DrS.Makhloufi avoir accepté d'être membre du jury et pour juger
ce travail.*

*Nous remercions aussi les professeurs de tout notre parcours qui nous ont transmit les valeurs de la
science.*

Nous remercions mes collègues de la promotion «Mastère génie des procédés»

Finalement, à toutes personnes qui m'encourager, m'aider et m'orienter durant mes années d'études



Table des matières

| | |
|--|-----------|
| Dédicace | |
| Remerciement | |
| Liste des figures..... | I |
| Liste des tableaux | IV |
| Liste d'abréviations | V |
| Introduction générale..... | 1 |
| Chapitre I Eude bibliographique | 5 |
| I.1. Introduction..... | 5 |
| I.2. Les matériaux polymères | 5 |
| I.2.1. Définition..... | 5 |
| I.2.2. Réaction de polymérisation | 6 |
| I.2.3. Classification des polymères | 7 |
| I.2.4. Propriétés des polymères | 9 |
| I.2.6. Application des polymères | 12 |
| I.3. Les matériaux composite | 13 |
| I.3.1. Définition..... | 13 |
| I.3.2. Classification des matériaux composites..... | 13 |
| I.3.3. Les constituants d'un composite..... | 15 |
| I.3.4. Structure du composite | 20 |
| I.3.5. Propriétés des matériaux composites..... | 22 |
| I.3.6. Procédé de fabrication des composites..... | 23 |
| I.4. Conclusion | 24 |
| Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption | 25 |
| II.1. Matériau de l'étude..... | 25 |

| | | |
|---|--|-----------|
| II.1.1. | Polyéthylène..... | 25 |
| II.1.2. | Polyéthylène à haute densité (PEHD)..... | 28 |
| II.1.3. | Propriétés des polyéthylènes haute densité..... | 28 |
| II.1.4. | Avantages et Inconvénients du PEHD | 31 |
| II.1.5. | Le Liège | 33 |
| II.2. | L'absorption de l'eau | 34 |
| II.2.1. | Théorie de la Diffusion de l'eau | 34 |
| II.2.2. | Modèles de diffusion..... | 35 |
| II.2.3. | L'absorption de l'eau dans les composites | 42 |
| II.2.4. | Conséquences de l'absorption d'eau par les polymères et composites..... | 42 |
| II.3. | Les effets irréversibles induits par la présence d'eau | 44 |
| II.3.1. | Le vieillissement chimique en présence d'eau Hydrolyse | 44 |
| II.3.2. | Chute des résistances limites | 45 |
| II.4. | Les effets d'absorption d'eau et d'humidité dans les composites à fibres végétales | 45 |
| Chapitre III La méthode de surface de réponse..... | | 47 |
| III.1. | Introduction | 47 |
| III.2. | La Méthodologie de Surface de Réponse (MSR)..... | 47 |
| III.2.1. | Définition | 47 |
| III.2.2. | Principe de Méthode des surfaces de réponse (M.S.R)..... | 48 |
| III.2.3. | Etapas de l'application du RSM | 50 |
| III.2.4. | Définition des facteurs et des niveaux | 53 |
| III.2.5. | Définition d'une réponse..... | 54 |
| III.2.6. | Les types de plans d'expériences | 54 |
| III.2.7. | Construction de la méthodologie de surface de réponse..... | 57 |
| III.2.8. | La RSM pour l'optimisation en ingénierie | 58 |

| | | |
|--------------------|---------------------------------------|-----------|
| III.3. | Conclusion..... | 59 |
| Chapitre IV | Résultats et Discussions | 60 |
| IV.1. | Introduction | 60 |
| IV.2. | Plans d'expériences | 60 |
| IV.2.1. | Méthode appliqué..... | 61 |
| IV.2.2. | Modélisation mathématiques | 61 |
| IV.2.3. | Terminologie..... | 61 |
| IV.3. | Techniques expérimentales | 62 |
| IV.3.1. | Matériaux et méthode | 62 |
| IV.4. | Résultats et discussion..... | 69 |
| IV.5. | Optimisation par RSM | 78 |
| IV.6. | Conclusion..... | 92 |
| | Conclusion générale..... | 92 |
| | Référence Bibliographies..... | 93 |
| | Résumé | 101 |

Liste des figures

Liste des figures

Chapitre I

| | |
|--|----|
| Figure I.1 : Représentation de divers polyéthylènes : linéaire (a), ramifié (b) et réticulé (c). Les deux premiers (a et b) sont solubles et fusibles ; le polyéthylène (a) est insoluble et infusible. | 9 |
| Figure I.2 : Différentes sollicitations mécaniques..... | 11 |
| Figure I.3 : Microstructure d'un matériau composite. UD..... | 13 |
| Figure I.4 : Différentes familles de matrices..... | 16 |
| Figure I.5 :différents types de renfort de bas..... | 18 |
| Figure I.6 : Différents types de charges..... | 19 |
| Figure I.7 : Pli à renforcement unidirectionnel..... | 20 |
| Figure I.8 : composite stratifié..... | 21 |
| Figure I.9 : Constitution d'un sandwich..... | 22 |
| Figure I.10 : technique de moulage..... | 23 |
| Figure I.11 : Etapes de production d'un matériau composite..... | 24 |

Chapitre II

| | |
|---|----|
| Figure II.1 : Différence de structure générale entre les polyéthylènes haute densité, basse densité et basse densité linéaire..... | 27 |
| Figure II.2 : Représentation de la polymérisation du polyéthylène..... | 28 |
| Figure II.3 : Structure d'un catalyseur de type Ziegler-Natta..... | 28 |
| Figure II.4 : Structure cristalline du polyéthylène..... | 29 |

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure II.5 : Représentation schématique de la coupe axiale d'un chêne-liège..... | 34 |
| Figure II.6 : Courbes de diffusion de type Fick, tirée et adapté..... | 37 |
| Figure II.7 : Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non Fickienne, tirée de..... | 38 |
| Figure II.8 : Gonflement du polymère après pénétration de molécules d'eau..... | 43 |
| Figure II.9 : Effet de la plastification dans un réseau de macromolécules, d'après..... | 44 |
| Figure II.10 : Effet de l'eau sur l'interface fibre végétale/matrice..... | 46 |
| Chapitre III | |
| Figure III.1 : Schéma d'une fonction de transfert..... | 48 |
| Figure III.2 : Surface de Réponse 3D..... | 49 |
| Figure III.3 : Plan composite centré pour 3 facteurs..... | 55 |
| Figure III.4 : Plan de Box-Behnken pour trois facteurs..... | 57 |
| Chapitre IV | |
| Figure IV.1 : les plaques en matériaux composites de (1 mm, 2mm)..... | 62 |
| Figure IV.2 : Taux d'absorption en fonction de la racine carré du temps..... | 71 |
| Figure IV.3 : Surface de réponse 3D de l'absorption d'eau par les différents composites..... | 72 |
| Figure IV.4 : Surface de réponse 2D de l'absorption d'eau par les différents composites..... | 73 |
| Figure IV.5 : L'influence interactive de la teneur en liège et du temps d'immersion sur l'absorption d'eau..... | 74 |
| Figure IV.6 : a.b.c : Le tracé de probabilité normale et le tracé réel par rapport aux tracés prédits pour les valeurs d'absorption d'eau..... | 75 |
| Figure IV.7 : Le tracé normal des résidus..... | 76 |
| Figure IV.8 : Résidu étudiant en externe en fonction de nombre de diffusion..... | 77 |

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure IV.9 : Taux d'absorption maximale..... | 80 |
| Figure III.10 : Taux d'absorption minimale..... | 81 |
| Figure IV.11 : Optimisation par RSM pour évaluer la capacité d'absorption d'eau la plus élevée..... | 82 |
| Figure IV.12 : La valeur optimale a été obtenue pour évaluer l'absorption d'eau..... | 83 |

Liste des tables

Chapitre II

| | |
|--|----|
| Tableau II.1 Les propriétés du PEHD | 32 |
|--|----|

Chapitre III

| | |
|---|----|
| Tableau III.1 Calcul des niveaux des facteurs..... | 56 |
|---|----|

Chapitre IV

| | |
|--|----|
| Tableau IV.1 : Résultats de l'absorption des échantillons en fonction du temps..... | 63 |
| Tableau IV.2 – Résultats de taux l'absorption des échantillons en fonction du temps.... | 66 |
| Tableau IV.3 : REML (R Estricted Maximum Likelihood) analysis Kenward-Roger p-values..... | 76 |
| Tableau IV.4 : Composants d'écart..... | 77 |
| Tableau IV.5 : Statistiques d'ajustement..... | 77 |
| Tableau IV.6 : Coefficients en termes de facteurs codés..... | 77 |
| Tableau IV.7 : 100 Solutions trouvées..... | 80 |
| Tableau IV.8 : Optimisation de la réponse basée sur RSM..... | 80 |
| Tableau IV.9 : Optimisation de la réponse basée sur RSM..... | 81 |

Liste d'abréviations

Liste des abréviations

MSR : La méthode de surface de réponse

PVC : Le polychlorure de vinyle.

PE : Le polyéthylène.

PP : Le polypropylène.

PS : Les polystyrènes.

PU : Le Polyuréthanes.

UV : Spectroscopie UV-Visible.

PEHD : Polyéthylènes à haute densité.

BMC : BulkMolding Compound.

DP : Degré de polymérisation.

Introduction Générale

Introduction générale

L'absorption d'eau par les matériaux composites est le processus par lequel les molécules d'eau pénètrent et se diffusent dans la structure d'un matériau composite. Les matériaux composites sont des matériaux d'ingénierie constitués de deux ou plusieurs composants différents combinés pour créer un matériau aux propriétés supérieures à celles de ses composants individuels. Ces composants comprennent généralement une phase de renforcement, telle que des fibres ou des particules, intégrées dans une phase matricielle, qui agit comme un liant.

Bien que les composites offrent de nombreux avantages, tels qu'un rapport résistance/poids élevé et une excellente durabilité, ils sont toujours susceptibles d'absorber de l'eau, ce qui peut avoir des effets néfastes sur leurs propriétés mécaniques et leurs performances à long terme. L'ampleur et la vitesse de l'absorption d'eau dans les composites dépendent de divers facteurs, notamment du type de fibres de renforcement, du matériau de la matrice, du processus de fabrication et des conditions environnementales.

Le processus d'absorption d'eau dans les composites peut se produire par différents mécanismes. Un mécanisme courant est la diffusion, où les molécules d'eau pénètrent à travers le matériau de la matrice en se déplaçant des régions à forte concentration d'eau vers les régions à faible concentration. Ce processus de diffusion est influencé par des facteurs tels que la porosité et la perméabilité du composite, ainsi que le coefficient de diffusion du matériau de la matrice.

L'absorption d'eau peut avoir plusieurs effets indésirables sur les matériaux composites. Tout d'abord, elle peut entraîner une augmentation du poids, ce qui peut nuire aux performances globales et à l'efficacité de la structure composite. Deuxièmement, l'eau absorbée peut affaiblir la liaison interfaciale entre les fibres de renforcement et la matrice, réduisant ainsi la résistance et la rigidité du composite. En outre, la présence d'eau peut favoriser les réactions chimiques, telles que l'hydrolyse ou la corrosion, en fonction des constituants du composite, ce qui entraîne une dégradation supplémentaire des propriétés mécaniques.

Introduction générale

Pour limiter l'absorption d'eau dans les composites, plusieurs stratégies peuvent être employées. Il s'agit notamment d'utiliser des matériaux matriciels hydrophobes ou résistants à l'humidité, d'incorporer des revêtements de surface ou des barrières pour limiter la pénétration de l'eau, d'optimiser le processus de fabrication pour minimiser la porosité et d'utiliser des traitements des fibres pour améliorer l'adhérence interfaciale. En outre, l'étanchéité, l'entretien et l'inspection périodique sont essentiels pour assurer la durabilité à long terme des structures composites exposées à l'eau ou à des environnements humides.

En résumé, l'absorption d'eau est un problème important pour les matériaux composites, et la compréhension de ses mécanismes et de ses effets est cruciale pour la conception et l'entretien des structures composites. En tenant compte des exigences spécifiques de l'application et en mettant en œuvre des mesures préventives appropriées, l'impact négatif de l'absorption d'eau sur les matériaux composites peut être minimisé, garantissant ainsi leur performance optimale et leur longévité.

La méthodologie de la surface de réponse (MSR) est une technique statistique et mathématique utilisée pour optimiser et modéliser la relation entre plusieurs variables d'entrée et une variable de réponse. Dans le contexte de l'optimisation de l'absorption d'eau dans les matériaux composites, la MSR peut être appliquée pour déterminer la combinaison optimale de facteurs qui minimisent l'absorption d'eau.

Pour une étude détaillée et approfondie de cette problématique, ce manuscrit est subdivisé en quatre chapitres :

- Le premier chapitre sera consacré étude bibliographie sur les polymères
- Dans le chapitre suivant, nous présenterons le matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau.
- Le troisième chapitre est consacré à l'étude de la théorie de surface de réponse
- Dans le quatrième chapitre, nous présenterons Présent le détail de la programmation du modèle développé dans le cadre de cette étude sous forme d'organigramme et des courbes. Les résultats de cette étude sont présentés sous forme graphique avec les interprétations.

Enfin une conclusion générale et recommandations sont présentées à la fin de ce mémoire.

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1. Introduction

Comme Tous les matériaux utilisés dans le milieu industriel, les matériaux polymères et composites doivent être caractérisés et contrôlés afin de répondre aux règles de qualité et de sécurité souhaitées. Leurs propriétés et l'arrangement matériel de leurs différents constituants leur confèrent un caractère particulier et complexe, ils sont répandus être des milieux hétérogènes, viscoélastiques et respectivement, isotropes ou anisotropes. Leur utilisation intense dans des applications industrielles les rend de grand intérêt à connaître leurs propriétés mécaniques et d'atténuation ou parfois, de dispersion [1].

Ce chapitre est composé de deux parties, dont la première partie est une étude bibliographique qui présente des généralités sur les polymères, leurs différentes méthodes de classification, leurs synthèses et leurs diverses propriétés. La deuxième partie est consacrée à apporter une connaissance des matériaux composites par une description de leurs constitutions, de leurs propriétés et de leurs structures.

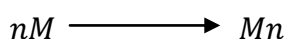
I.2. Les matériaux polymères

I.2.1. Définition

Les polymères sont des macromolécules constituées par l'enchaînement d'un grand nombre de molécules de taille beaucoup plus petite. Les petites molécules qui se combinent les unes aux autres pour former les molécules de polymères sont appelées monomères et les réactions par lesquelles elles se combinent sont appelées polymérisations [2].

Sont une répétition de motif (ou unité) constitutif (M) où $M = -CH_2-$ par exemple. Le degré de polymérisation (n) correspond au nombre de fois que le motif est répété: (M) n. La longueur caractéristique d'une chaîne est d'environ 1 micron [3].

-le processus de polymérisation peut être schématisé comme suit :



Où : M : la molécule de monomère.

Mn : la molécule de polymère.

n : le nombre émotifs monomères de la macromolécule (degré de polymérisation) [4].

I.2.2. Réaction de polymérisation

Au sens large, le terme polymérisation désigne l'ensemble des procédés de formation de chaînes à partir de molécules plus petite (monomères).

Il existe deux types de polymérisation: la polycondensation et la polymérisation en chaîne, communément appelée polymérisation [5].

I.2.2.1 La polycondensation

La polycondensation se produit par interaction d'un ou de plusieurs composés avec élimination des molécules simples tel que l'eau, l'ammoniaque ... etc.

Les exemples importants de ce type de polymérisation, comprennent les nylons (polyamides) et les polyesters ... [6].

I.2.2.2 Polyaddition (en chaîne)

Dans la polymérisation par croissance en chaîne, le catalyseur qui amorce la réaction provoque la formation d'un site actif, sur lequel se fixe rapidement une molécule de monomère et ainsi de suite. Le monomère réagit rapidement, toujours par la même réaction d'addition à la chaîne qui s'allonge. Le processus est interrompu par une réaction de terminaison. Selon la nature du centre actif qui provoque l'addition successive des motifs, on peut classer toute réaction de polymérisation en chaîne dans l'un des groupes suivants : [6]

- Polymérisation radicalaire,
- Ionique (anionique, cationique),
- Polymérisation par des catalyseurs métalliques,
- Les étapes de la polyaddition sont différentes d'un mécanisme à un autre.

I.2.2.3 Polymérisation radicalaire

Comme toute réaction en chaîne la polymérisation radicalaire se déroule en trois étapes distinctes.

- L'initiation (amorçage) : formation des centres actifs à partir du monomère,

- La propagation : croissance des chaînes de polymère par additions successives,
- La terminaison : destruction du centre actif et interruption de la croissance des chaînes [5].

I.2.3. Classification des polymères

I.2.3.1 Classification selon l'origine

On peut les classer en trois catégories :

- les polymères naturels ;
- les polymères artificiels ;
- les polymères synthétiques.

a. Les polymères naturels

Ce sont issus des règnes végétal ou animal, leur importance est considérable. On peut cependant. Mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laines, soie...), le caoutchouc naturel, etc.[7].

b. Les polymères artificiels

Ils sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés, par exemple : les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose...)[8].

c. Les polymères synthétiques

Il est entièrement dérivé du génie humain, les particules uniques qui permettent de les obtenir non trouvés dans la nature. Cependant, on peut observer que les structures produites par la synthèse sont souvent proches de celles des polymères naturels. Leur diversité est extrême, et ce sont elles qui seront considérées le plus souvent par la suite [8].

I.2.3.2 Selon leur comportement thermique

On peut les classer en trois catégories :

- les thermoplastiques;
- les thermodurcissables;

-les élastomères.

a. Les thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des polymères linéaires, ce qui signifie qu'il n'y pas de liaison covalente entre les chaînes (sinon quelque ramification occasionnelles). C'est la raison pour laquelle les thermoplastiques se ramollissent au chauffage. Au cours du chauffage, les liaisons

Secondaires que relient les molécules les unes aux autres fondent et le matériau s'écoule comme un liquide visqueux, ce qui permet sa mise en forme. Les molécules des polymères linéaires ont des masses très variables et des structures différentes, certains comme le polystyrène, sont amorphe ; d'autres, comme le polyéthylène, cristallisent partiellement[8].

b. Les thermodurcissables

Le polymère qui résulte contient de nombreuses liaisons covalentes de chaîne à chaîne donc on peut considérer le thermodurcissable comme étant des polymères réticulés. Si on chauffe le thermodurcissable les liaisons secondaires fondent et le module d'élasticité (qui exprime la rigidité) du polymère chute mais les ponts empêchent la fusion ou l'écoulement visqueux le thermodurcissable ne peut pas être mis en forme à chaud mais au cours du processus de polymérisation[8].

c. Les élastomères

Ils sont des polymères ayant des propriétés élastiques (allongement réversible important)

Exemple : caoutchouc naturel, polybutadiène et polyisoprène[7].

I.2.3.3 Selon leur structure

Comme nous le montrons à la figure I.1, les polymères sont classés en 3 types: les polymères linéaires, branchés et réticulés. Les polymères linéaires et branchés sont solubles dans les solvants organiques et fusibles; ces polymères ont un comportement thermoplastique c'est-à-dire qu'ils sont liquides à haute température et solides à basse température.

Les polymères réticulés constituent des réseaux tridimensionnels insolubles et infusibles. En présence de solvants, ils gonflent plus ou moins fortement en fonction des caractéristiques

du solvant. C'est en étudiant la variation du taux de gonflement que l'on détermine la masse moléculaire moyenne M_n , entre les liaisons pontales[9].

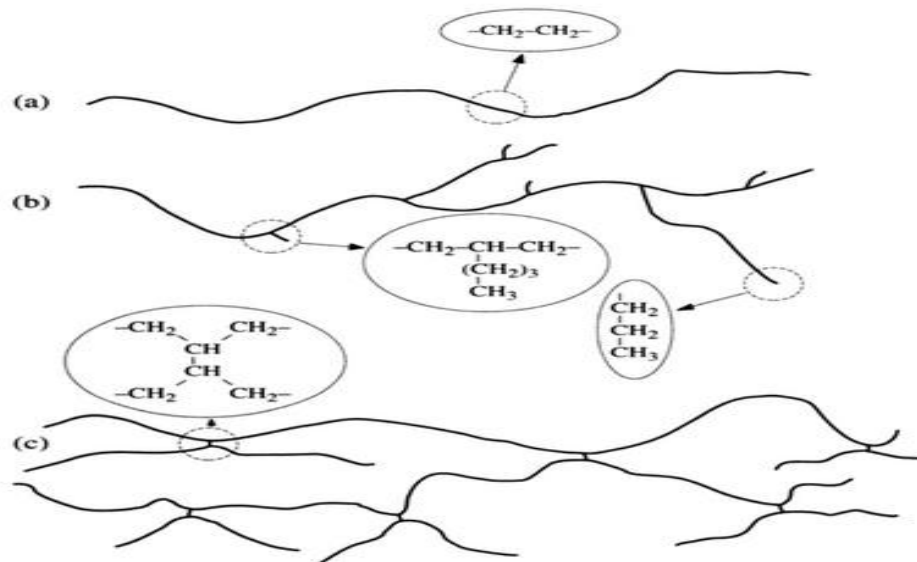


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..1 Représentation de divers polyéthylènes : linéaire (a), ramifié (b) et réticulé (c). Les deux premiers (a et b) sont solubles et fusibles ; le polyéthylène (a) est insoluble et infusible. [9]

I.2.4. Propriétés des polymères

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures telles que la température, la dureté, l'intensité de la contrainte appliquée, les radiations UV et les agents chimiques.

Les caractéristiques de résistance peuvent différer seulement d'un ordre de grandeur. Hormis les paramètres spécifiques ou matériaux (masse molaire, taux de ramification, mobilité des chaînes, taux de réticulation,.....), et les conditions extérieures (humidité, agents chimiques, température, vitesse de sollicitation, type et intensité des contraintes appliquées)[10].

I.2.4.1 Propriétés physiques des polymères

Avant tout, rappelons qu'il existe une grande variété de matières plastiques, tout comme il existe un grand nombre d'alliages métalliques, une des caractéristiques physiques générales des polymères est :

La masse volumique : La masse volumique des matières plastiques est peu élevée. La légèreté des polymères est sans aucun doute une des qualités qui a le plus largement contribué à leur diffusion.

En ce qui concerne le rapport (résistance à la traction / masse volumique), certains polymères sont en fait supérieurs bien à des matériaux métalliques.

La faible masse volumique des plastiques est due au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone) [11].

I.2.4.2 Propriétés thermiques

a. La température

La température de transition vitreuse "T_g" et la température de fusion "T_f" sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères

Amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement. Les zones cristallines ne fondent que bien au-delà de la température de transition vitreuse. Les températures caractéristiques d'un seul et même matériau peuvent alors être classées de la façon suivante : Température de transition vitreuse < Température de cristallisation < Température de fusion < Température de décomposition thermique. Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des semi cristallins dans un domaine même étroit de la température [12].

I.2.4.3 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques décrivent le comportement des matériaux soumis à des sollicitations mécaniques telles que des pressions, des étirements, des torsions, des

frottements, des cisaillements, des chocs ou sous l'effet de la pesanteur (figure I.2). Elles dépendent fortement du type de contrainte appliquée[13].

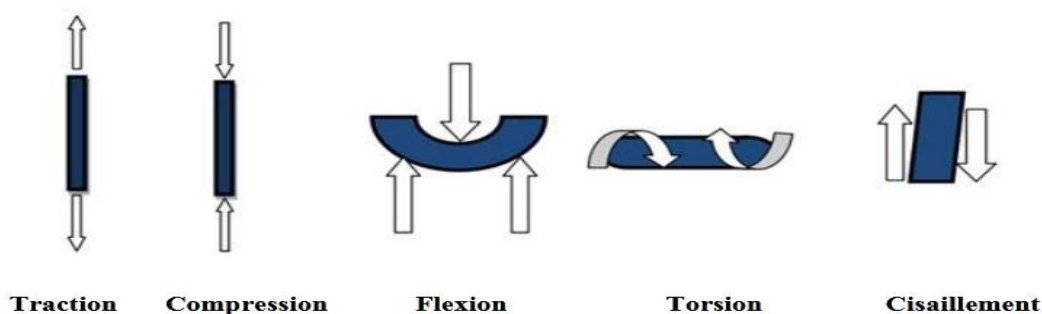


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..2: Différentes sollicitations mécaniques.

C'est la structure du réseau résultant de l'enchevêtrement des chaînes qui confère aux polymères leurs propriétés mécaniques les plus importantes, à savoir l'élasticité caoutchoutique et le comportement viscoélastique à l'état fondu d'une part, et un comportement à la fois vitreux et ductile à l'état solide d'autre part[14].

I.2.4.4 Autres propriétés

D'autres caractéristiques des polymères sont largement exploitées dans leurs applications telles que leurs propriétés électriques, électro-optiques.

Leurs propriétés électriques et électro-optiques

Les polymères sont largement utilisés comme isolants électriques, en particulier dans les circuits électroniques et les gaines de câbles électriques. Il existe aussi des polymères conducteurs, soit à l'état intrinsèque, soit parce qu'ils sont chargés de particules de carbone conductrices.

Certaines molécules de polymères, rigides et allongées, sont susceptibles de s'orienter sous l'effet d'un champ électrique. Cet effet est utilisé dans des dispositifs d'affichage comportant des polymères de structure cristal-liquide. Lorsque le champ n'est pas appliqué, les molécules sont en désordre local, le matériau est opaque et d'apparence laiteuse. Lorsque le champ est

appliqué, les molécules s'orientent dans la même direction et laissent passer la lumière. Le matériau devient transparent[15].

I.2.5. Application des polymères

Les polymères constituent une des principales révolutions techniques du XX^{ème} siècle ceux-ci sont utilisés pour un nombre extraordinaires d'applications à tous les échelons de la vie.

Les applications des polymères selon Européen Plastics Demand by Resin (2009)

- Emballage
- Bâtiment et Construction 23%
- Électricité et Électronique 9%
- Automobile 8%
- Sport et Loisirs 3%
- L'agriculture 2%
- Autres 21%

Ces six marchés représentent environ 80% des plastiques utilisés en Europe. Les 20% restants sont dans de nombreux autres marchés, même si leur poids économique est faible ils sont des opportunités à forte valeur ajoutée potentielle comme le marché de la santé[16].

Les cinq familles les plus utilisées sont:

- Les polychlorures de vinyles (PVC) utilisés comme pièces rigides, tuyauterie, films d'étanchéité,
- Les polyéthylènes (PE) utilisé comme emballages transparents, pièces rigides,
- Les polypropylènes (PP) et les polystyrènes (PS) : pièces rigides, fibres,
- Les polyesters saturés : cosmétiques, revêtements de surface, peintures, vernis, plastifiants pour autres Polymères : et les polyesters insaturés : films, fibres textiles, matériaux composites,
- Les polyuréthanes (PU).

I.3. Les matériaux composite

I.3.1. Définition

Un matériau composite est un matériau hétérogène composé d'au moins deux matériaux non miscibles. Il est constitué de renforts se trouvant dans une matrice qui les protège. Les renforts vont supporter les efforts mécaniques, la matrice sert de liant et répartit les efforts mécaniques. Le matériau composite a donc des propriétés spécifiques que ses matériaux constitutifs seuls ne possèdent pas. Les renforts peuvent être des fibres courtes ou des fibres longues (carbone, verre, kevlar, fibres végétales,...). Les matrices peuvent être des matrices organiques (thermodurcissables ou thermoplastiques), céramiques ou métalliques[17].

Sur la figure I.3 sont présentées les différentes échelles des constituants du composite.

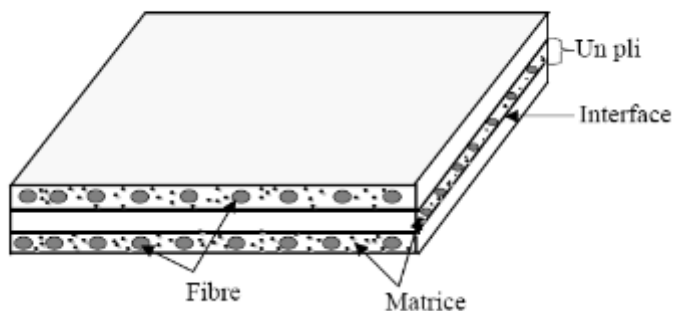


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..3 :
Microstructure d'un matériau compositeUD [18].

I.3.2. Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants, suivant la nature des composants et le type du matériau composite.

I.3.2.1 Classification suivant la forme des constituants

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes : les matériaux composites à particules et les matériaux composites à fibres[19].

a. Composite à fibre

Un matériau composite est un composite à fibre si le renfort se trouve sous forme de fibre. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, etc.

L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés des matériaux composites pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan.

Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécaniques et physiques en jouant sur la nature des constituants, la proportion des constituants et l'orientation des fibres suivant le cahier de charges imposées.

L'importance des matériaux composites à fibres justifié une étude exhaustive de leurs comportements mécaniques. Notre travail pratique sera essentiellement consacré à l'étude de ce type de matériau.

b. Composites à particules

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres ne possède pas de dimensions privilégiées. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc.

Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charge pour réduire le coût du matériau, sans diminuer les caractéristiques. Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Les cermets sont des exemples de composites métal-céramique à particules, adaptés à des utilisations à température élevées.

Par exemple, les cermets à base d'oxydes sont utilisés pour les outils de coupe à vitesse élevée, et pour les protections à haute température.

Egalement, des particules d'élastomères peuvent être incorporées dans des matrices polymères fragile, de manière à améliorer leurs propriétés à la rupture et au choc, par diminution de la sensibilité à la fissuration.

I.3.2.2 Classification suivant la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, on distingue les composites à matrices organiques, minérale et à matrice métallique[19].

a. Composites à matrice organique

- Des fibres minérales : verre, carbone,.....etc.
- Des fibres organiques : Kevlar, polyamides,etc.
- Des fibres métalliques : bore, aluminium,.....etc.

b. Composites à matrice métallique : (alliages léger) avec :

- Des fibres minérales : carbure de silicium (SiC), etc.
- Des fibres métalliques : bore, etc.
- Des fibres métallo minérales : carbone carbure revêtue de carbure de silicium, etc.

c. Composites à matrice minérales (céramique) avec :

- Les fibres métalliques : Bore
- Les particules métalliques : Cermet
- Les particules minérales : Carbone, Nitrure

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine de températures ne dépassant pas 200 à 300°C, alors que les matériaux à matrice métallique ou minérale sont utilisés au-delà : jusqu'à 600°C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000°C pour une matrice minérale[19].

I.3.3. Les constituants d'un composite

I.3.3.1 Matrice

La matrice est l'un des constituants de base des matériaux composites. C'est un matériau organique léger, facilement déformable, qui revêt trois fonctions principales : la répartition de la charge mécanique sur tous les renforts, la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble et la protection des renforts vis à vis du milieu extérieur

(chocthermiques ou mécaniques. La matrice doit avoir une masse volumique faible afin de conserver au composite des caractéristiques mécaniques élevées [20].

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, et lie les fibres du renfort entre elles, tout en assurant la répartition de la contrainte c'est « l'emballage ». Les matrices doivent présenter une bonne compatibilité avec le renfort. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées [20]. Les résines les plus utilisées dans les matériaux composites sont:

- les résines thermodurcissables,
- les résines thermoplastiques

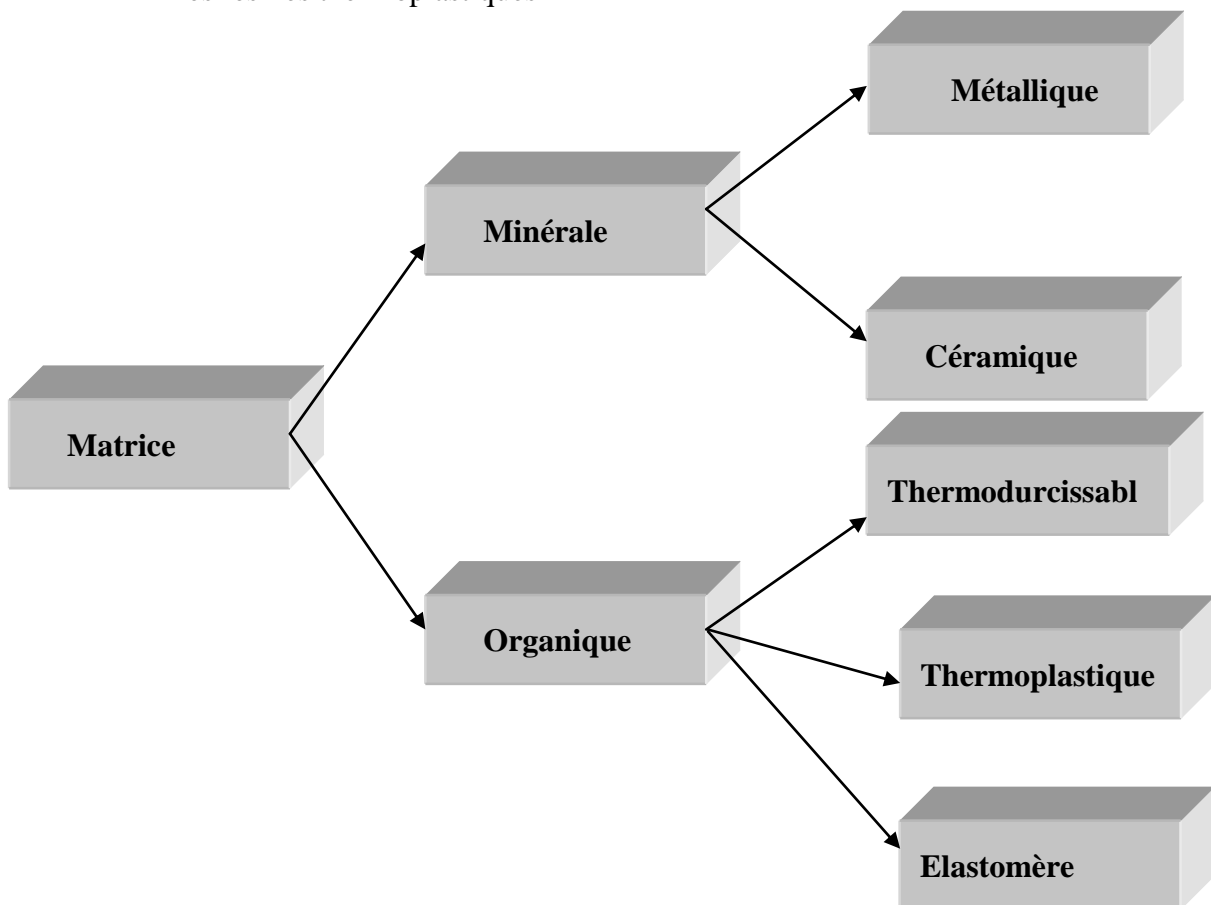


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..4: Différentes familles de matrices [20].

I.3.3.2 Le renfort (les fibres):

Une fibre est une forme de matière extraordinaire possédant une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevés que ceux du même matériau sous forme massive. Sous la forme d'un filament fin, les propriétés d'un matériau sont beaucoup plus proches des valeurs théoriquement possibles que tout autre forme de matière, surtout en résistance de la rupture [21].

Du fait d'une demande croissante d'éco-matériaux et du coût de plus en plus élevé des fibres synthétiques (carbone ou verre), de nouveaux matériaux contenant des fibres naturelles sont en cours de développement. Ils ont pour avantage d'être plus légers tout en ayant des propriétés mécaniques intéressantes. De plus, ils présentent l'avantage d'avoir un coût beaucoup moins élevés que synthétiques, associés à une densité plus faible, et de constituer une ressource renouvelable [22].

- Parmi, les renforts utilisables dans les nano-composites, on trouve principalement:
La silice,
- Les nanoparticules de silicate comme les phyllo silicates (par exemple l'argile),
- Les microfibrilles et whiskers de cellulose,
- Les nanoparticules de carbone (fibres, tubes, lamelles...) [23].

Par une orientation judicieuse, le renfort assure principalement un double rôle mécanique: Résistance et rigidité (Figure (I.5)) [24].

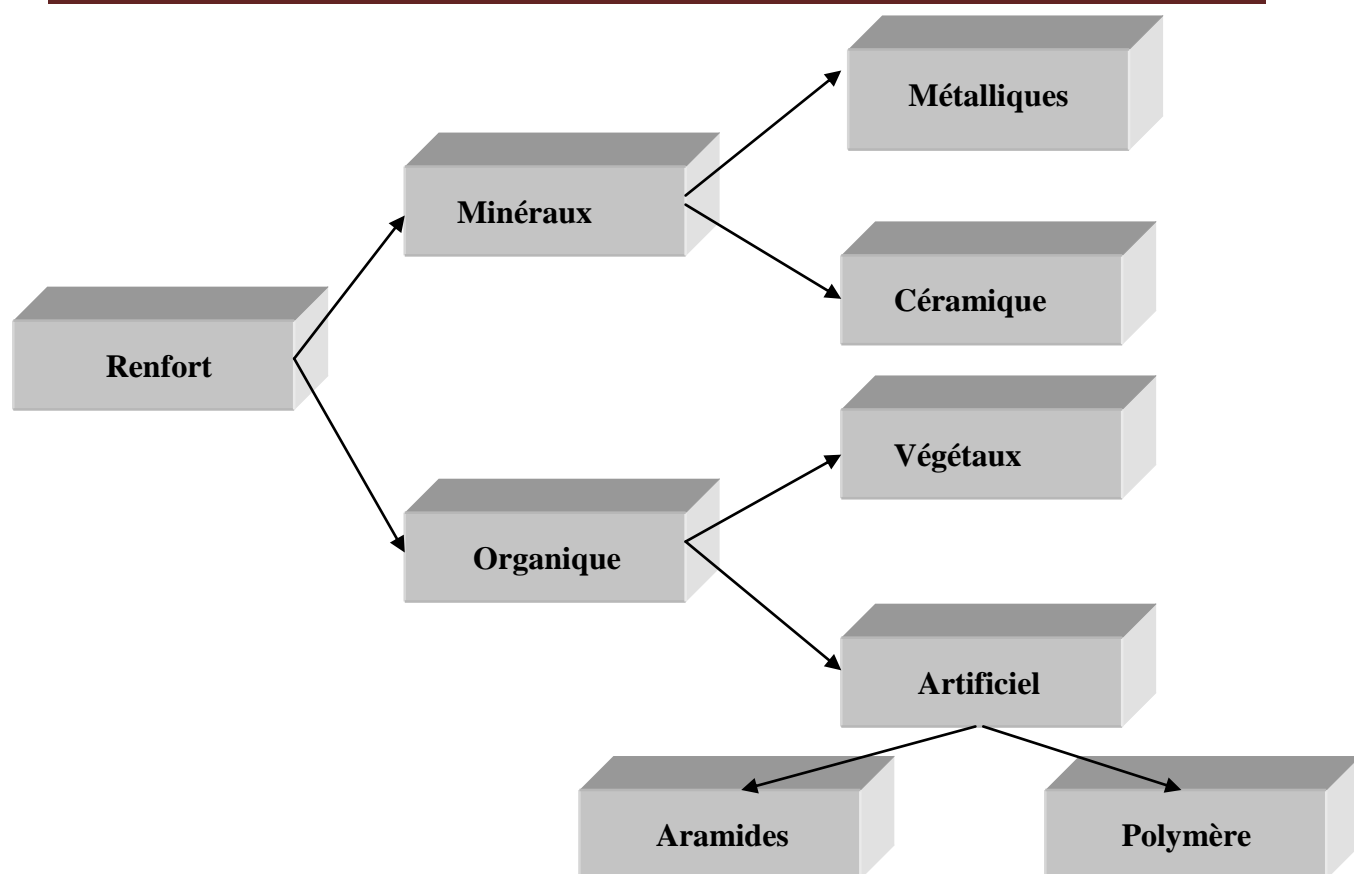


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..5:différents types de renfort de bas[24].

I.3.3.3 Les charges

On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques (Figure (I.6) [25]).

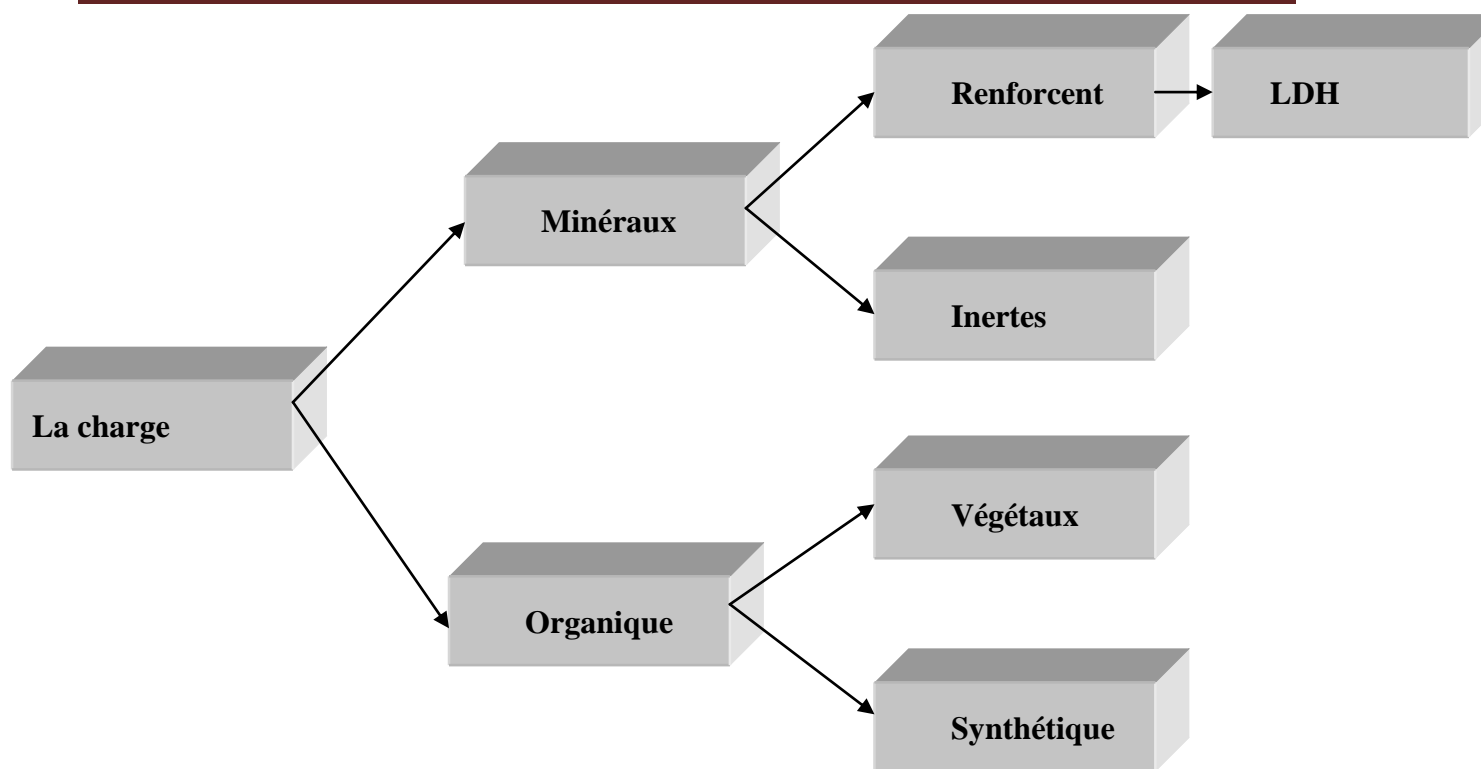


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..6: Différents types de charges.

a. Charges augmentant la résistance mécanique

L'objectif de l'incorporation des charges augmentant la résistance mécanique est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique en : [20]

- Charges sphériques,
- Charges non sphériques.

b. Charges ayant un rôle secondaire

Les charges ayant un rôle secondaire ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines, soit d'améliorer certaines propriétés secondaires des résines telle que la viscosité[20].

c. Additifs

Les additifs sont ajoutés en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme : [19]

- Lubrifiants et agents de démoulage,

- Pigments et colorants,
- Agents anti-retrait,
- Agents anti-ultraviolets.

I.3.4. Structure du composite

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types :

- Les monocouches
- Les stratifiées
- Les sandwichs

I.3.4.1 Les monocouches

Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes. [26]

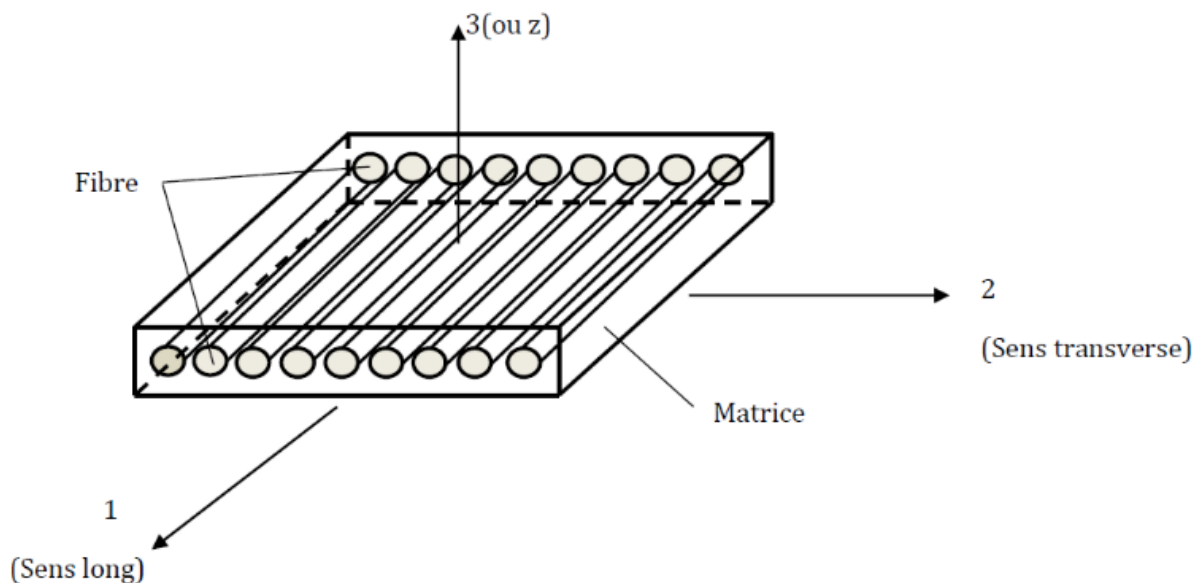


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..7: Pli à renforcement unidirectionnel[26].

I.3.4.2 Stratifiés

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du

stratifié. Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques [27].

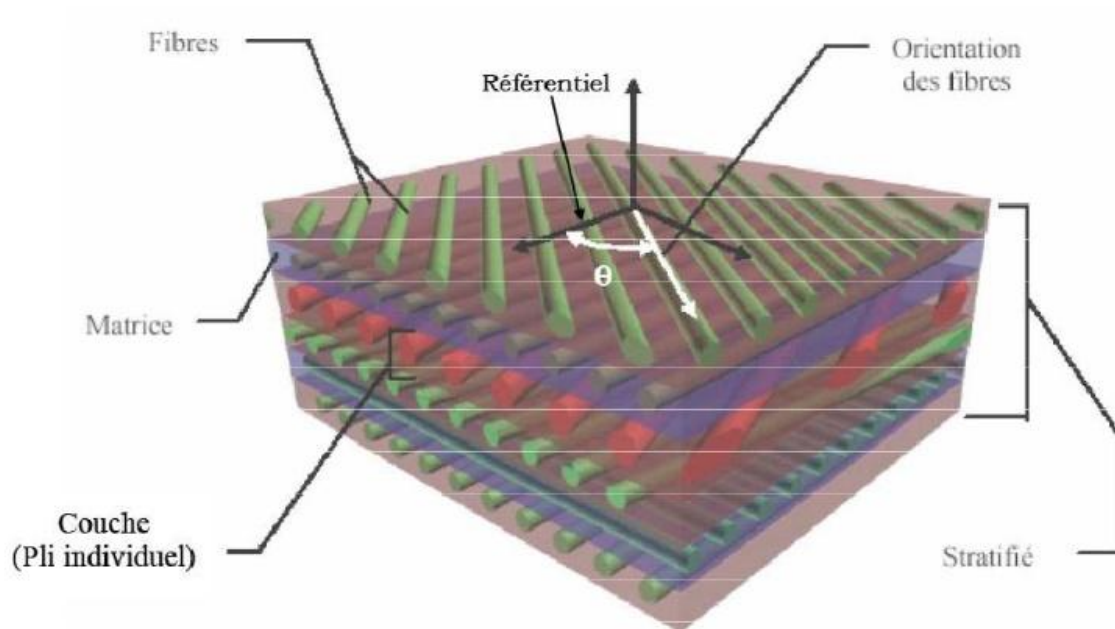


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..8 : composite stratifié[28].

I.3.4.3 Les sandwichs

Une structure sandwich résulte de l'assemblage par collage ou soudure de deux semelles ou peaux (Fig. I.9) et d'un matériau d'âme. Les peaux sont de faibles épaisseurs et possèdent de très bonnes caractéristiques mécaniques (module élevé, grande résistance). Entre les deux peaux est intercalé un matériau d'âme de forte épaisseur et de faible densité. En gardant une distance constante entre les deux peaux, l'insertion de cette âme permet d'augmenter le moment d'inertie de la structure, et par conséquent sa rigidité en flexion, tout en minimisant la masse de l'ensemble.

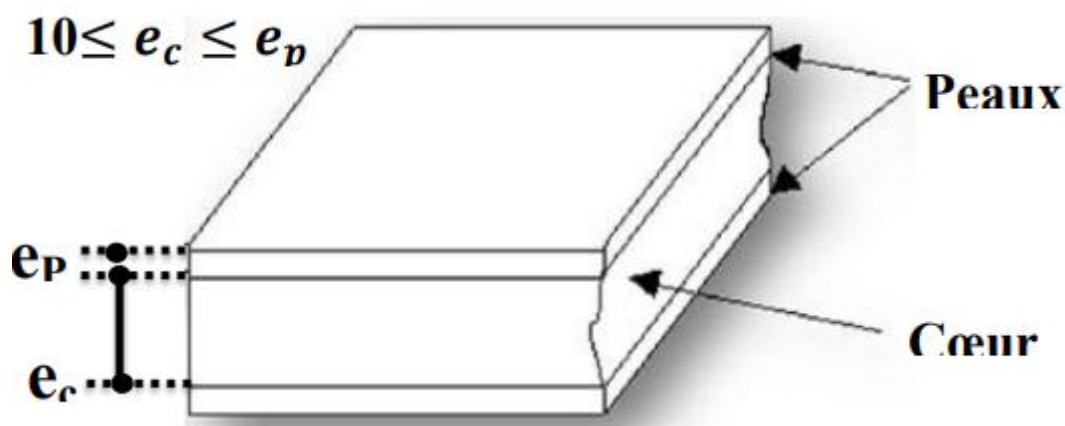


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..9 : Constitution d'un sandwich[29].

I.3.5. Propriétés des matériaux composites

Les processus de mise en œuvre des matrices polymères sont actuellement bien maîtrisés et peu coûteux, et les argiles, faciles à extraire. Ces deux phénomènes concourent donc à en faire des candidats idéaux pour l'obtention de nouveaux matériaux aux propriétés spécifiques[30].

I.3.5.1 Propriétés thermiques

a. La stabilité thermique

Elle est généralement évaluée par analyse thermogravimétrique sous atmosphère inerte ou oxydante. De manière générale, la température de dégradation des polymères est augmentée après l'incorporation de silicates lamellaires exfoliés ce qui valorise ces polymères et permet leur utilisation à de plus hautes températures. Cette amélioration de la stabilité thermique est fortement dépendante de l'état de dispersion de la charge au sein du polymère [31].

I.3.5.2 Propriétés mécaniques

L'ajout d'argile à une matrice polymère va permettre d'améliorer les propriétés mécaniques, en particulier le module d'Young et la contrainte à la rupture. En ce qui concerne le module d'Young, l'exfoliation des feuillettes est le facteur permettant cette amélioration. Les feuillettes intercalés ont une surface de contact feuillet/polymère beaucoup plus faible que les feuillettes exfoliés, ce qui les rend moins aptes à améliorer le module d'Young. Ainsi,

l'ajout d'argile à une matrice de type polyamide va permettre d'obtenir des morphologies exfoliées. Les modules de ces polyamides sont alors considérablement renforcés[32].

I.3.6. Procédé de fabrication des composites

Trois opérations sont indispensables :

1. Imprégnation du renfort par le système résineux.

2. Mise en forme à la géométrie de la pièce.

3. Durcissement du système :

- soit par polycondensation et réticulation pour les matrices thermodurcissables,
- soit par simple refroidissement pour les matières thermoplastiques.

Il existe différentes techniques mais la plus utilisée est par moulage

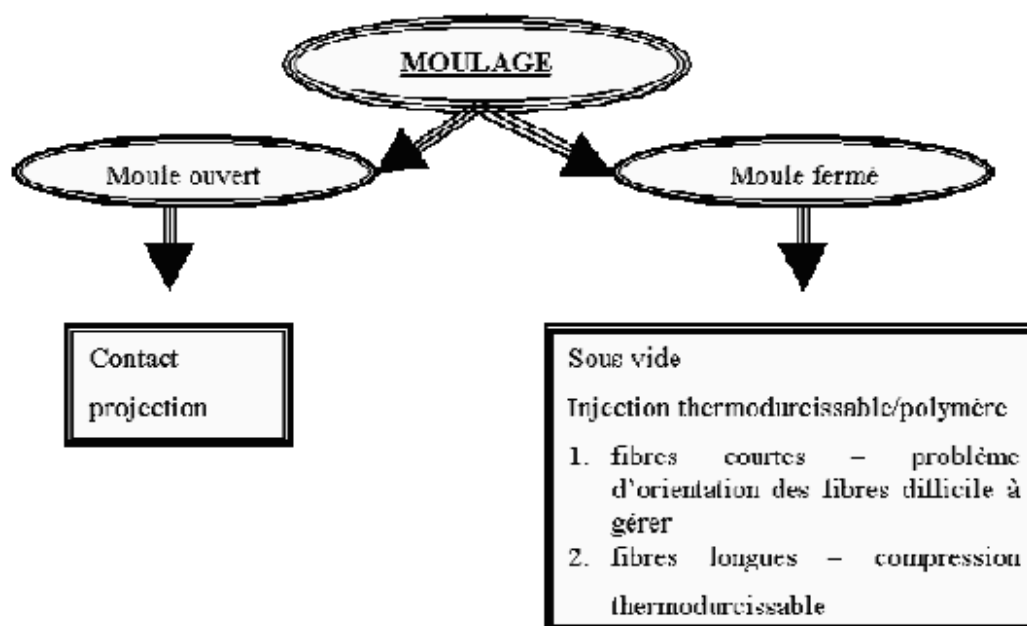


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..10 : technique de moulage [33].

Le cycle de vie d'un matériau composite est présenté sur la figure I.11 :

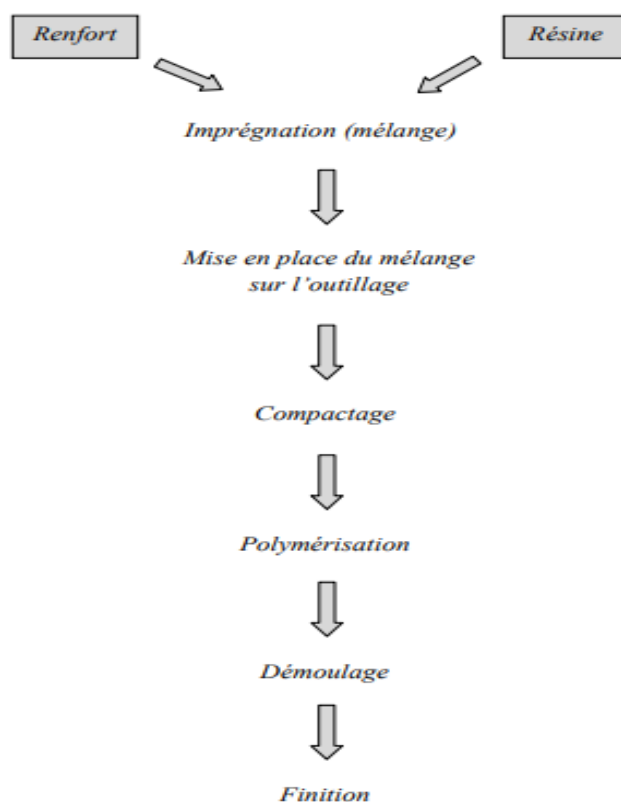


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..11: Etapes de production d'un matériau composite [34].

Les procédés les plus importants sont :

1. Moulage au contact : consiste à disposition successivement sur un moule :

- Un agent de démoulage,
- Un gel coat,
- Une couche de résines thermodurcissable liquide.

Et à réaliser l'imprégnation du renfort par une opération manuelle à l'aide d'un rouleau [35].

2. Moulage par projection simultanée : est une évolution de procédé de moulage au contact et est particulièrement adaptée aux pièces de moyennes et grandes dimensions [35].

3. Injection thermodurcissable BMC (BulkMolding Compound ou pré-imprégné en vrac). Les renforts sont mis en place entre le moule et le contre moule. La résine est injectée. La pression de moulage est faible [34].

4. Compression thermodurcissable Il s'agit de moulage par compression et les moules sont très proches, par leur conception, de ceux utilisés lors de la mise en œuvre d'autres matières thermodurcissables [36].

5. Pultrusion : dans ce cas, les renforts passent dans un bain de résine catalysé où sont imprégnés. Ils traversent ensuite une filière chauffée dans laquelle ont lieu simultanément mise en forme du profilé et polymérisation de la résine. Ce procédé est applicable aux résines thermoplastiques et thermodurcissables [37].

6. Enroulement filamentaire (ou bobinage): le renfort imprégné de résine catalysée est enroulé avec une légère tension, sur un mandrin cylindrique ou de révolution en rotation. Ce type de moulage est bien adapté aux surfaces cylindriques et sphériques, et permet une conception avancée des pièces [37].

Il existe d'autres procédés : drapage en autoclave, centrifugation, stratification en continu, thermoformage sous vide, estampage...

I.4. Conclusion

Dans ce chapitre on a donné une présentation générale des matériaux polymères et matériaux composites. L'utilisation des matériaux composites vise à concurrencer et de surpasser les métaux qui, de leur côté, ne cessent d'optimiser leurs propres caractéristiques. La diversité des matériaux composites et leur souplesse, qui permettent de fabriquer ou de composer des caractéristiques à la carte, rendent cet objectif légitime.

Chapitre II : Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

II.1. Matériau de l'étude

II.1.1. Polyéthylène

II.1.1.1. Définition

Polyéthylène est un nom générique utilisé afin de décrire les polyoléfines issues de la polymérisation de l'éthylène [38]. Dans sa forme la plus simple, la chaîne du polyéthylène, de structure chimique $-(CH_2-CH_2)_n-$, se compose de motifs structuraux formés d'un nombre pair d'atomes de carbone liés, de manière covalente, avec une paire d'atomes d'hydrogène attachés à chaque atome de carbone. Les extrémités de la chaîne sont terminées par des groupes méthyles [39]. Ce sont probablement les polymères les plus couramment utilisés, en effet ils sont employés pour la fabrication des sacs plastiques, des bouteilles d'emballage et de certains jouets [38]. Les différents types de polyéthylènes se différencient les uns des autres par leur structure moléculaire qui résulte de leur mode de synthèse ainsi que par la présence optionnelle de Co monomère (figure II.1). On les classe, habituellement, selon leur masse volumique à 23°C en : [39]

- PE-BD, PE à basse densité, commercialisé dans une gamme de densité allant de 0,915 à 0,935. Sa cristallinité est de l'ordre de 40 %,
- PE-MD, PE à moyenne densité, commercialisé dans une gamme de densité allant de 0,93 à 0,945. Sa cristallinité varie entre 40 et 60 %,
- PE-HD, PE à haute densité, commercialisé dans une gamme de densité allant de 0,94 à 0,97. Sa cristallinité varie entre 60 et 80 %,
- PE-TBD, PE à très basse densité,
- PE-BDL, PE à basse densité linéaire.

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

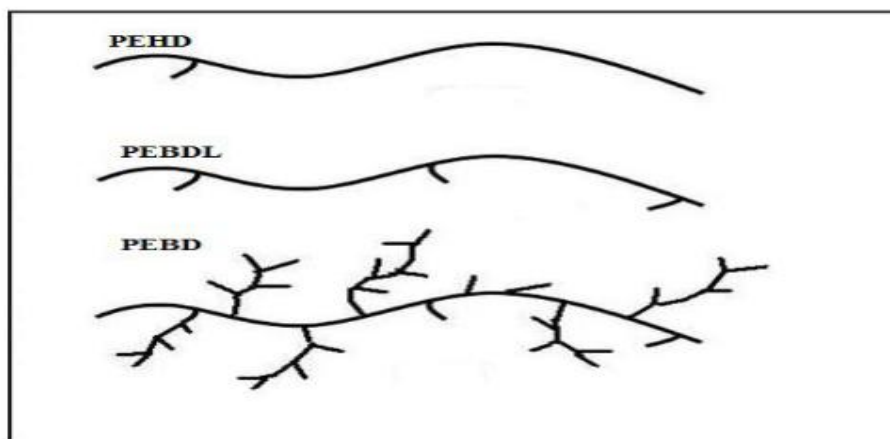


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..12 Différence de structure générale entre les polyéthylènes haute densité, basse densité et basse densité linéaire.

II.1.1.2. Structure moléculaire (échelle I)

Une macromolécule est constituée d'une chaîne principale appelée squelette sur laquelle des atomes de nature chimique différente ou des molécules peuvent se substituer de façon plus ou moins régulière, à certains atomes appartenant au monomère constitutif d'origine.

Dans le cas où les groupes d'atomes disposés latéralement sur le squelette ont une structure chimique identique à celle de la chaîne principale, on parle de ramifications ou de branches. La présence de ces substituants peut avoir deux effets, soit ils rendent la chaîne principale et l'ensemble des macromolécules plus mobiles et flexibles, soit au contraire ils tendent à rigidifier l'édifice macromoléculaire. La macromolécule du polyéthylène est obtenue par la répétition de l'unité constitutive de masse molaire M_0 (Figure II.2). Le nombre de répétition n de cette unité est appelé degré de polymérisation (DP). Il est donc possible de calculer la masse molaire de la macromolécule selon l'expression : $M = n \cdot M_0$ [38].

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

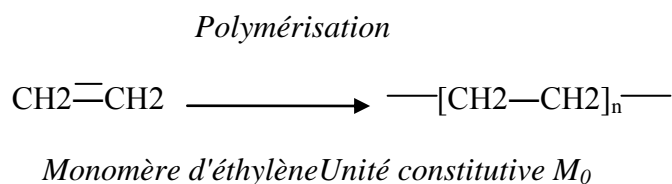


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..13 :
Représentation de la polymérisation du polyéthylène.

II.1.2. Polyéthylène à haute densité (PEHD)

Le polyéthylène haute densité (PEHD) a été synthétisé en 1953 par le chimiste allemand Karl Ziegler.

L'exemple le plus typique pour la synthèse de PEHD, présenté sur la figure II.3 est le cas du chlorure de triéthyl aluminium (AlEt_3) avec le tétrachlorure de titane (TiCl_4)[40].

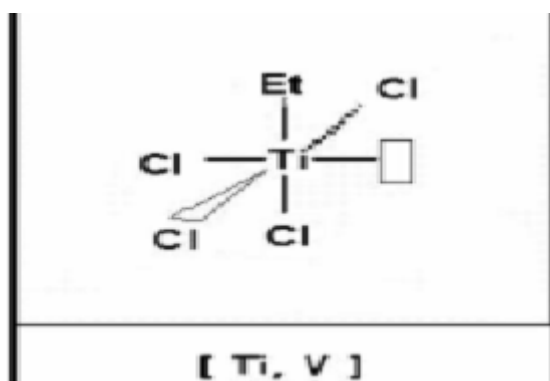


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..14 Structure d'un catalyseur de type Ziegler-Natta.

II.1.3. Propriétés des polyéthylènes haute densité

Les propriétés d'un objet en polyéthylène haute densité dépendent

a. Structure chimique et cristallinité [41]

Le PE-HD est un polymère semi-cristallin. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du PE-HD et sa cristallinité.

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Le PE-HD est d'autant plus cristallin que :

- le nombre de branchements courts est plus faible en fonction du taux de Co monomère incorporé, la masse volumique des polyéthylènes haute densité peut varier de 940kg/m³ à plus de 965 kg/m³. Lors de la cristallisation du polymère fondu, les chaînes se replient dans des plans pour former des cristallites. Entre ces cristallites, le polymère bien moins ordonné constitue la phase amorphe.

Dans la pratique, on utilisera un PE-HD ayant une distribution étroite de masses molaires pour :

- Le moulage par injection, afin que les pièces aient un minimum de distorsion et de tensions internes, préjudiciables à la résistance au choc et à la résistance à la fissuration sous contrainte,
- le moulage par rotation,
- l'extrusion. Au contraire, une distribution plus large de masses molaires sera appréciée pour l'extrusion soufflée de corps creux, l'extrusion de films et de tuyaux, ainsi que pour le gainage de câbles.

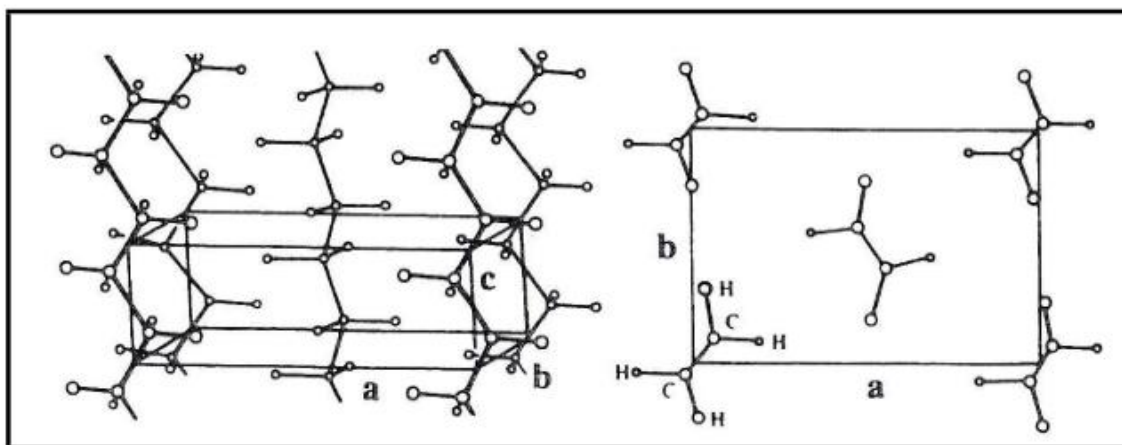


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..15: Structure cristalline du polyéthylène

b. Masse molaire

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Lorsque la longueur de la chaîne hydrocarbonée augmente, la masse molaire augmente : le polymère est plus visqueux à l'état fondu donc plus difficile à mettre en œuvre, mais ses propriétés mécaniques sont meilleures à l'état solide. La longueur des chaînes est généralement comprise entre 2 000 et 50 000 unités monomères[42].

II.1.3.1. Propriétés mécaniques [43]

La rigidité et la dureté du PEHD augmentent avec la densité, et donc avec la cristallinité. La rigidité est mesurée au moyen de module d'élasticité qui varie d'environ 1600 MPa (dans le cas du PEHD) alors que la dureté (Shore D) varie d'environ 60.

Le PE est un thermoplastique résistant au choc et à l'impact, même à des basses températures ($T < 0^{\circ}\text{C}$), due à sa faible température de transition vitreuse $\ll T_g \gg$ (jusqu'à -110°C). Cette résistance est d'autant meilleure que :

- La masse molaire est plus élevée,
- La cristallinité est plus faible,
- La distribution des masses moléculaires est plus large.

Le PE est touché par afin que du PE lui assure un faible coefficient de friction. Sa résistance à l'abrasion augmente avec la masse moléculaire et la cristallinité. Elle est remarquable pour les PEHD de masse moléculaire très élevée.

II.1.3.2. Propriétés thermiques

Le point de fusion du PEHD se situe entre 120 et 136°C . La conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique linéaire sont fonction du taux de cristallinité, ils sont plus élevés pour les homopolymères que les copolymères[43].

II.1.3.3. Propriétés chimiques

Propriétés chimiques du PE vis-à-vis des agents chimiques sont déterminées par leur structure par afin que apolaire, par son caractère cristallin et sa très haute masse moléculaire.

Il résiste bien aux acides forts (les acides inorganiques) et les bases fortes (les solutions salines), mais il est attaqué par les acides oxydants (les acides nitriques concentrés).

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Il se gonfle dans les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques et dans leurs dérivés halogénés, dans lesquels il se dissout à température élevée, ce qui explique sa grande perméabilité aux vapeurs de ces produits. Il est également peu perméable à la vapeur d'eau, à cause de son caractère hydrophobe (l'absorption d'eau est d'environ 0.01% et 0.5 % pour le PE contenant du noir de carbone)[43].

II.1.3.4. Propriétés électriques

Le PE présente d'excellentes propriétés d'isolation électrique quelles que soient sa masse moléculaire et sa cristallinité. Sa faible permittivité relative et son faible facteur de dissipation diélectrique font de lui un matériau de choix en isolation électrique.

II.1.4. Avantages et Inconvénients du PEHD

II.1.4.1. Avantages

- Mise en œuvre aisée,
- Excellentes propriétés d'isolation électrique,
- Résistance aux chocs,
- Grande inertie chimique,
- Qualité alimentaire,
- Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, mais aussi à l'air et aux hydrocarbures [44].

II.1.4.2. Inconvénient

- Sensibilité aux UV en présence d'oxygène.
- Sensibilité à la fissure sous contrainte.
- Mauvaise tenue à la chaleur.
- Collage important

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Tableau Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..1 Les propriétés du PEHD [45].

| Propriétés | Méthode d'essai | Unité | PEHD |
|---|----------------------------------|-----------------------------------|--|
| PHYSIQUES -Masse volumique. -Taux de cristallinité. - Masse molaire moyenne. | | g/cm ³ % g/mol | 0.925-0.956 75 – 8010000 |
| MECANIQUES - Contrainte à la Rupture. - Module de traction. - Module de flexion. - Dureté (shore). | BS.2782 :301.E | MPa MPa MPa Échelle D | 13 – 25200 – 300 60 – 400 41 – 60 |
| THERMIQUES - T° de fusion. - T° Vicat. - Tg. - Plage de T° de résistance. - Retrait au moulage. | BS.2782 : Pt.2 ASTM : D955-51 | °C °C °C °C % | 120 - 136 85 – 87 Environ –110 De – 70à + 60 1.5 – 3.5 |
| ELECTRIQUES - Cte diélectrique 1MHz. - Résistivité volumique | BS.2782 : Pt.2 | Ω.cm | .25 – 2.35 > 10 ¹⁸ |

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

II.1.5. Le Liège

II.1.5.1. Définition

Le liège est l'écorce du chêne, qui est périodiquement récoltée de l'arbre, habituellement, toutes les 9-12 années, selon la région de culture. *Quercus suber* L. est le nom botanique d'un chêne à croissance lente, à feuilles persistantes qui ne fleurit que dans des régions spécifiques de la Méditerranée (Portugal, Espagne, Sud de la France, partie de l'Italie, de l'Afrique du Nord) et de la Chine. Cet arbre nécessite beaucoup de soleil, une combinaison très inhabituelle de faibles précipitations et une humidité légèrement élevée. L'Europe possède environ 60% de la superficie totale de production (les forêts de liège) et produit plus de 80% du liège mondial. Le Portugal qui est le principal producteur de liège, traite environ les trois quarts de tout le liège. La qualité et l'épaisseur de l'écorce varient en fonction des conditions de croissance spécifiques d'un arbre [20].

II.1.5.2. Structure du liège

Le liège a une capacité remarquable à créer du tissu suberose à partir de son écorce interne. Ce tissu, formé spécifiquement par le phellogène du chêne-liège (le tissu responsable de la formation de nouvelles cellules) [46]. Le cycle de vie du chêne-liège produit trois qualités de tissu suberose: le liège vierge, liège produit à partir du deuxième décapage et du liège produit à partir des bandes suivantes [47].

La couche de suberose la plus épaisse se forme généralement dans le cycle de croissance suivant l'extraction du liège, après quoi le liège produit chaque année diminue progressivement jusqu'à l'extraction suivante [48]. Le liège (ou phellem, la désignation botanique de ce tissu végétal) est une couche protectrice de cellules mortes, formée à partir de tissu phellogène. Le phellogène a une capacité méristématique (génération cellulaire). Après la division cellulaire, les nouvelles cellules n'ont pas leurs dimensions définitives et se développent ensuite dans le protoplasme (intérieur cellulaire); de cette façon le tissu phellogénique continue de s'épaissir et le périmètre de l'arbre augmente. La croissance des tissus cesse en hiver et reprend au début du printemps. La période de phellogenium est d'avril à octobre. La stagnation hivernale se manifeste dans des zones sombres très visibles marquant le phellem produit chaque année (Figure II.5)[49].

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

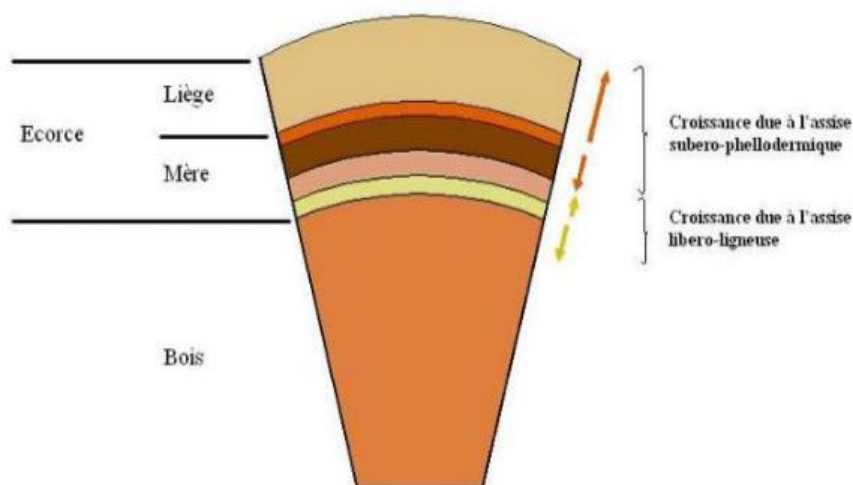


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..16

Représentation schématique de la coupe axiale d'un chêne-liège

La composition chimique du liège a été largement étudiée et dépend de plusieurs facteurs, tels que l'origine géographique, les conditions climatiques et du sol, l'origine génétique, les dimensions des arbres, l'âge (vierge ou de reproduction) et des conditions de croissance. Le liège de *Quercus suber* L. a des propriétés particulières telles qu'une élasticité élevée et une faible perméabilité ; elles résultent, au moins partiellement, de sa composition chimique spécifique (et plus particulièrement de celle de la subérine)[20].

II.2. L'absorption de l'eau

L'absorption est caractérisée par une prise de poids due à la diffusion des particules du solvant dans le solide au cours du temps. Cette dernière se définit comme étant un phénomène de transport de masse dû à l'existence d'un gradient de concentration du solvant vers le polymère. Fick (1855) a établi ses équations par analogie entre phénomènes de transfert de chaleur par conduction et le transfert de masse [50].

II.2.1. Théorie de la Diffusion de l'eau

Allant et al. ont montré dans leur étude que la diffusion est un phénomène de transport de matière ayant lieu en vue d'atteindre l'équilibre en concentration d'une substance dans un milieu donné. Ce phénomène est expliqué par la première loi de Fick traduisant le flux des particules induit par leur gradient de concentration [51].

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

$$\phi = D \nabla C$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..1)

Ave θ c , D , C sont respectivement le flux de particules, le coefficient de diffusion et la concentration de la substance.

II.2.2. Modèles de diffusion

II.2.2.1. Loi de Fick et modèle de diffusion Fickienne

L'absorption d'eau dans un matériau est le plus couramment décrite par la deuxième loi de diffusion de Fick (équation II.2). Cette loi est la plus simple et s'applique à un grand nombre de cas. On considère que le coefficient de diffusion ne dépend que de la température et non de la concentration en eau ; ce qui permet d'écrire, pour un problème à une dimension, l'équation [52].

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (\text{À dimension})$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..2)

Où c est la concentration en eau et D le coefficient de diffusion (en mm^2/s).

Par la méthode de séparation des variables, on obtient une solution de l'équation (II.2) de la forme (équation II.3) : [52]

$$(A \sin \lambda x + B \cos \lambda x) \exp(\lambda^2 D t)$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..3)

λ provient de la résolution par séparation des variables : les deux expressions séparées fonction de t et x sont prises égales à la même constante $-\lambda^2 D$.

On considère que la concentration initiale dans le matériau d'épaisseur h est nulle et qu'elle est égale à c_0 à sa surface. On a donc les conditions suivantes : [52]

$$\begin{cases} c = 0 \text{ pour } 0 \leq x \leq h \text{ à } t = 0 \\ c = c_0 \text{ pour } x = 0 \text{ et } x = h \text{ à } t > 0 \end{cases}$$

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

La diffusion d'eau dans les solides est généralement décrite par la seconde loi de Fick. Le taux d'humidité croît dans un premier temps linéairement avec la racine carrée du temps puis atteint un plateau de saturation. Ce comportement peut être décrit par l'équation (II.4), telle que proposée par Shen et Springer[53].

$$\frac{Mt}{M_{\infty}} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{1}{(2j+1)^2} \exp\left[-\frac{(2j+1)^2 \pi^2 D t}{h^2}\right]$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..4)

Aux temps courts, la partie linéaire de la courbe de sorption (Figure II.3) peut être approximée par l'équation (II.5) :

$$\frac{Mt}{M_{\infty}} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad (\text{Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..5})$$

M_{∞} étant le pourcentage d'eau absorbée à saturation, h l'épaisseur de l'éprouvette et D le coefficient de diffusion. A partir d'une approximation de cette équation, le coefficient de diffusion peut être recalculé, à partir de k , la pente de la partie linéaire de la courbe d'absorption $Mt = (\sqrt{t}/h)$ [53].

Cette équation donne l'expression du coefficient de diffusion D , égal à :

$$D = \frac{\pi}{(4Mt_{\infty}^2)} \left(\frac{Mth}{\sqrt{t}}\right)^2 = \pi \left(\frac{k}{4M_{\infty}}\right)^2$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..6)

Pour les valeurs de Mt/M_{∞} supérieures ($Mt/M_{\infty} > 0,6$), une approximation de l'équation (I.5) est proposée par Shen et Springer [123] (équation (II.7))[52].

$$\frac{Mt}{M_{\infty}} = 1 - \exp\left[7.3 \left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0.75}\right]$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..7)

La figure (II.6) représente une simulation du modèle de Fick, en illustrant la façon pour déterminer le coefficient de diffusion à partir des résultats expérimentaux de prise de masse. La diffusion Fickienne est ainsi caractérisée par deux paramètres:[54]

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

1. Un coefficient de diffusion D indépendant du temps et de l'espace, ainsi que de la concentration en molécules d'eau, puisque nous nous plaçons dans le cas de phénomènes physiques réversibles.
2. Un seuil d'absorption d'eau asymptotique M_{sat} (M_{∞}) atteint pour un temps infini correspondant à l'équilibre et caractérisé par la valeur correspondante du gain de masse généralement exprimé en pourcentage.

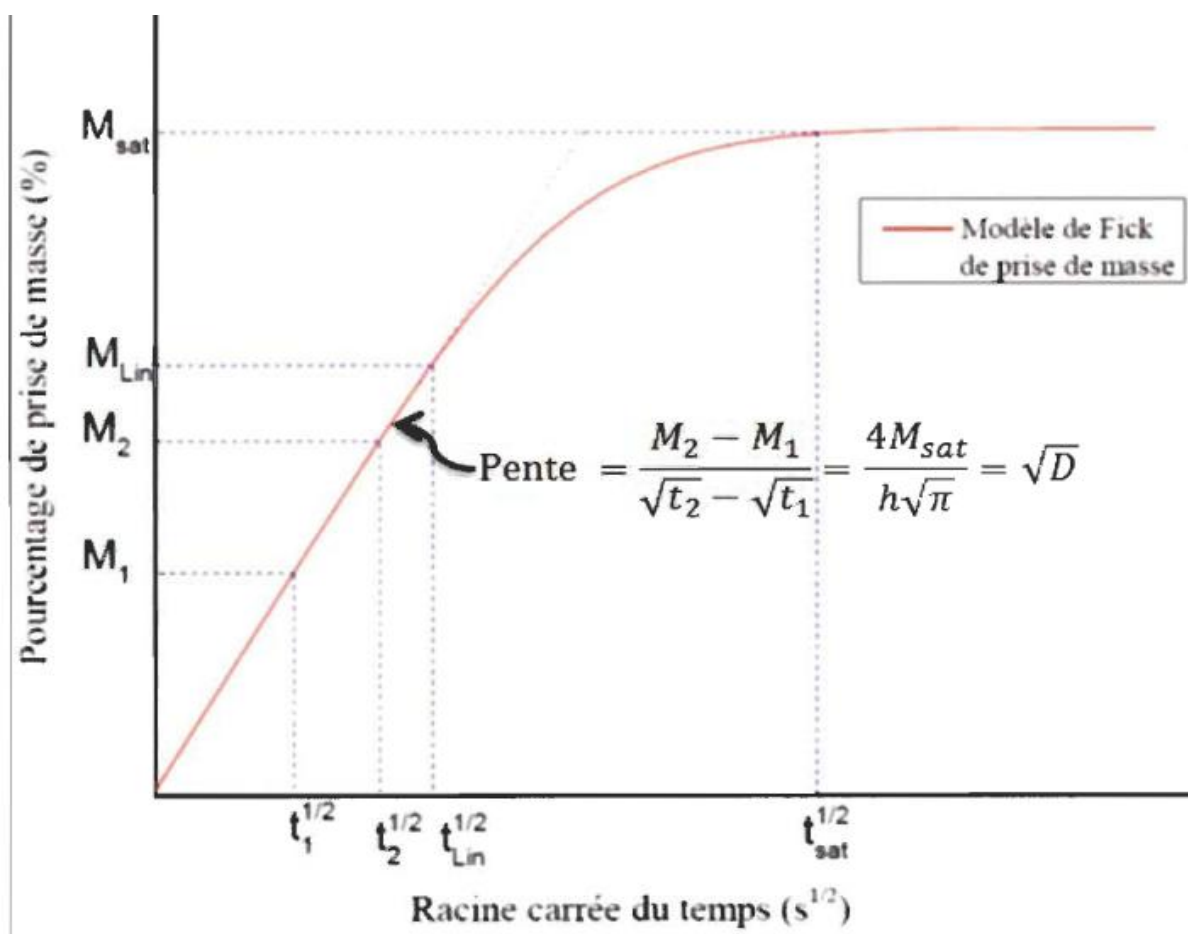


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..6 Courbes de diffusion de type Fick, tirée et adapté[54].

II.2.2.2. Modèles non Fickienne

De nombreux modèles ont été développés afin de représenter la diffusion de l'eau dans les polymères ou composites qui ne correspondent pas à une diffusion Fickienne.

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

La Figure II.7 répertorie sur un graphique l'allure des différents modèles présentés ci-dessus, soit :[55]

- (0) : Courbe d'absorption Fickienne;
- (1) : Représente une cinétique du type Langmuir;
- (2) : La diffusion Fickienne plus un non linéarité pouvant être due à une réaction chimique réversible ou à la relaxation du polymère ou bien à un couplage fort de diffusion assistée par l'état mécanique ;
- (3) : La diffusion Fickienne suivie d'une accélération de la cinétique synonyme de grandes dégradations et endommagement du polymère, comme proposé par;
- (4) : La diffusion Fickienne suivie d'un phénomène chimique irréversible comme par exemple l'hydrolyse du réseau macromoléculaire.

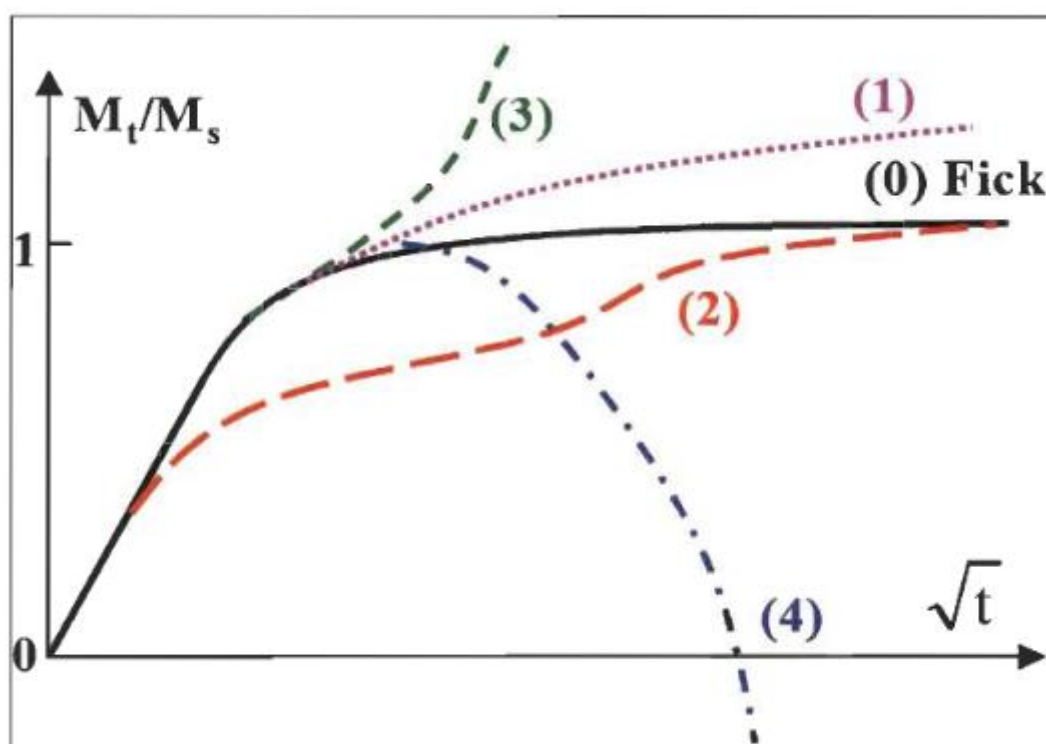


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..7 Courbes schématiques représentatives de quatre catégories de cinétiques d'absorption d'eau non Fickienne, tirée de.

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

L'absorption durant la deuxième phase augmente, comme la première, linéairement en fonction de \sqrt{t} . La teneur en eau peut alors s'écrire en utilisant un paramètre k lié à la deuxième phase (équation (II.8)) [52].

$$M_t = M_\infty (1 + k\sqrt{t}) \left(1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{\exp\left[-(2j+1)^2 \pi^2 \left(\frac{Dt}{h^2}\right)\right]}{(2j+1)^2} \right)$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..8)

De la même manière que pour une absorption suivant une loi de Fick simple, l'équation (II.9) peut être approximée par la relation : [52]

$$M_t = M_t (1 + 1\sqrt{t}) \left(1 - \exp \left[-7.3 \left(\frac{Dt}{h^2} \right)^{0.75} \right] \right)$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..9)

La diffusion de type Langmuir associe à chaque molécule de chaque type une probabilité β qu'une molécule liée devienne libre, et une probabilité γ qu'une molécule libre se lie. L'cinétique d'absorption est alors décrite par l'équation (II.10) : [52]

$$M_t = M_\infty \left\{ \frac{\beta}{\gamma + \beta e^{-\gamma t}} \left[1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp[-(2n+1)^2 kt] \right] + \frac{\beta}{\gamma + \beta} (e^{-\beta t} - e^{-\gamma t}) + 1 - e^{-\beta t} \right\}$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..10)

Avec $K = \frac{\pi^2 D}{h^2}$

Aux temps courts ($\kappa t \leq 0,7$, ou $Dth^2 \leq 0,05$), l'expression peut être approchée par l'équation(II.12):[52]

$$M_t = \frac{4}{\pi^2} \left[\frac{\beta}{\gamma + \beta} M_t \right] \sqrt{\kappa t}$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..11)

On peut noter que si $\beta = 1$ et $\gamma = 0$, l'équation (II.11) devient équivalente à l'équation (II.5) du modèle Fickienne à une phase.

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Aux temps longs $\left(\frac{Dt}{h^2}\right) > 0.05$, et aux temps longs $(Dt/h^2 > 0.05)$ par l'équation (II.12), Celle-ci est valable si la condition $\beta, \gamma \ll \kappa$ est respectée, Telle que proposée par Bonniau et Bunsel : [53]

$$Mt = M_{\infty} \left[1 - \frac{\gamma}{\gamma + \beta e^{-\beta t}} - \frac{\gamma}{\beta + \gamma} \cdot \frac{8}{\pi^2} e^{-\frac{Dt}{h^2} \pi^2} \right]$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..12)

II.2.2.3. Le modèle de Langmuir [54]

$$\frac{M(t)}{M_{\infty}} = \left[1 - \frac{\gamma}{\alpha + \gamma} e^{-\alpha t} - \frac{8}{\pi^2} \cdot \frac{\alpha}{\gamma + \alpha} \sum_{r=0}^{\infty} \frac{1}{(2r+1)^2} \exp\left(\frac{-D(2r+1)^2}{4l^2} \pi^2 t\right) \right]$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..13)

γ : La probabilité des molécules piégées par unité de volume.

α : La probabilité des molécules mobiles par unité de volume.

Ces deux probabilités vérifient à l'équilibre quand les molécules piégées deviennent mobiles

$$\gamma C_{sat} = \alpha C_{sat}$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..14)

II.2.2.4. Le modèle à diffusivité variable dans le temps [54]

Ce modèle peut être obtenu par analogie entre le coefficient de diffusion et le module de relaxation du modèle viscoélastique

$$\frac{M(t)}{M_{\infty}} = \left[1 - \frac{8}{\pi^2} \cdot \frac{\alpha}{\gamma + \alpha} \sum_{r=0}^{\infty} \frac{1}{(2r+1)^2} \exp\left(\frac{-D(2r+1)^2 \pi^2}{4l^2} \left(D_0 t + \sum_{r=0}^{\infty} D_r \left(t + \tau_r \left(e^{-\frac{t}{\tau_r}} \right) \right) \right) \right) \right] \text{(Erreur !)}$$

Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..15)

La différence de ce modèle de celui de Fick est dans le coefficient de diffusion qui est donné par une fonction décroissante dans le temps remplaçant le coefficient de diffusion

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

constant. Un autre modèle est conçu par analogie entre le coefficient de diffusion d'humidité et le coefficient de diffusion thermique dans le matériau.

$$D_{11} = D_m(1 - V_f) + D_f V_f$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..16)

$$D_{22} = D_m \left(1 - 2\sqrt{\frac{V_f}{\pi}} \right) + \frac{D_m}{B_D} \left[\pi - \frac{4}{\sqrt{1 - \frac{B_D^2 V_f}{\pi}}} \times \tan^{-1} \sqrt{\frac{1 - \frac{B_D^2 V_f}{\pi}}{1 + \frac{B_D^2 V_f}{\pi}}} \right]$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..17)

Avec

$$B_D = 2 \left(\frac{D_m}{D_f} - 1 \right)$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..18)

Si $D_f < D_m$: $D_{11} = D_m(1 - V_f)$ et $D_{22} = D_m \left(1 - 2\sqrt{\frac{V_f}{\pi}} \right)$

(Erreur !

Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..19)

D_t : Coefficient de diffusion dans la direction parallèle aux fibres.

D_{22} : Coefficient de diffusion dans la direction perpendiculaire aux fibres.

D_m : Coefficient de diffusion de la matrice.

D_f : Coefficient de diffusion des fibres.

V_f : Fraction volumique des fibres.

II.2.2.5. Modèle de diffusion pour le cas de l'immersion [54]

La modification au modèle de Fick, afin de modéliser la cinétique d'absorption en immersion qui n'est pas purement Fickienne comme dans le cas de l'humidité relative, dans la mesure où il n'y a pas de palier de saturation, qui est une des hypothèses du modèle de Fick.

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Le modèle de Fick est appliqué en considérant un pseudo palier, l'absorption est considérée Fickienne jusqu'à un certain point où des dégradations apparaissent et l'absorption s'accélère. La prise de poids lors de cette deuxième phase semble linéaire en fonction de \sqrt{t} , fi. L'auteur propose donc de modifier la loi de Fick classique en ajoutant un terme supplémentaire. Ce dernier a une forme (est $\propto \sqrt{t}$, fi) qui prend en compte cette cinétique de dégradation continue et cette prise en eau supplémentaire. Le modèle proposé pour l'absorption en immersion est donné par l'équation (II.20).

$$\frac{M(t)}{M_\infty} = \left[1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{r=1}^{\infty} \frac{1}{2r+1} \exp\left(-\frac{\pi^2 D}{h^2} (2n+1)^2 t\right) a\sqrt{t} \right] \quad (\text{Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..20})$$

II.2.3. L'absorption de l'eau dans les composites

Lorsqu'un composite polymère est immergé dans l'eau ou exposé à un environnement humide, il a tendance à absorber des molécules d'eau à travers les surfaces qui sont en contact direct avec cet environnement. Ensuite, ces molécules d'eau occupent l'espace entre les réseaux macromoléculaires et par la même occasion conduisent à une augmentation de la masse du matériau au cours du temps. Ses travaux que la cinétique d'absorption d'eau dépend de la nature du polymère, des caractéristiques de l'eau (son pH et sa salinité) et des paramètres thermodynamiques (température, pression...). Dans le cas où la diffusion d'eau n'entraîne aucun endommagement, l'absorption d'eau tend vers un équilibre qui se manifeste par le plateau de saturation correspondant à une égalité des potentiels chimiques de l'eau dans le polymère et dans le milieu environnant [49].

Le comportement diffusif des matériaux polymères et composites est souvent décrit par le modèle de Fick. Ce comportement de diffusion peut être aussi décrit par des modèles de diffusion non-Fickienne.

II.2.4. Conséquences de l'absorption d'eau par les polymères et composites

II.2.4.1. Diffusion d'eau dans les polymères thermo durs

Les polymères sont sujets à des modifications diverses lorsqu'ils sont soumis à un environnement humide (de l'humidité ambiante à l'immersion dans l'eau). La diffusion d'eau dans les polymères thermo durs peut se décrire suivant deux mécanismes :

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

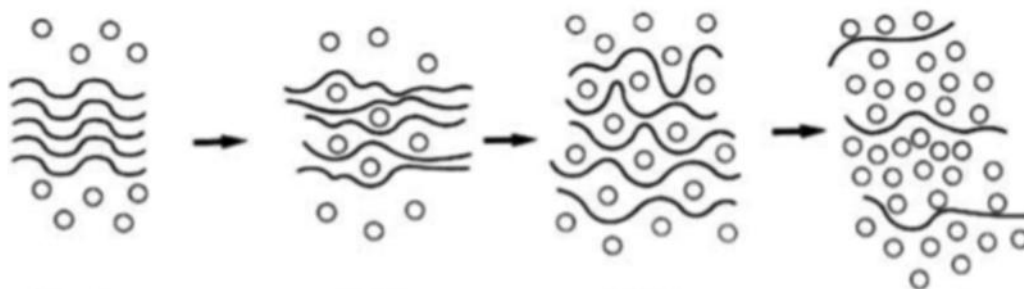
- L'eau est une molécule polaire qui est capable de former des liaisons hydrogènes avec d'autres groupes polaires comme les groupes hydroxyles et amines qu'on trouve dans les résines époxy [56]. Par ce mécanisme, les molécules d'eau sont dites « liées » et dissoutes dans le matériau. Des expériences basées sur différentes techniques (par exemple par résonance magnétique nucléaire (RMN), ou l'analyse de l'enthalpie de dissolution) mettent en évidence ces liaisons [57].
- Les molécules d'eau liées coexistent avec des molécules d'eau libres, comme cela a pu être mis en évidence [57]. Ces dernières sont des molécules qui s'insèrent dans les microvides de la résine, et se répandent par capillarité ; elles ne participent pas aux interactions eau/polymère.

Par ces mécanismes, l'absorption d'eau dépend des caractéristiques de la résine (nature et densité du réseau, composition, volume libre) et des conditions hygrothermiques (humidité et température) [56].

II.2.4.2. Gonflements différentiels

L'absorption d'eau se fait d'abord par la couche externe des échantillons, qui sature donc en premier, puis l'eau diffuse à travers l'épaisseur jusqu'à ce que la teneur en eau soit homogène dans tout le matériau [58].

Pendant la phase transitoire, la teneur en eau suit un gradient à travers l'épaisseur et le gonflement différentiel entre les couches externe et interne modifie l'état de contrainte (figure II.8). L'absorption induit des contraintes de compression dans les couches externes et de traction dans la partie interne du matériau [57].



Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Figure II.8 : Gonflement du polymère après pénétration de molécules d'eau

II.2.4.3. La plastification

La plastification par l'eau agit sur les liaisons secondaires, des molécules d'eau venant s'insérer au niveau des groupements polaires entre les chaînes de macromolécules [59] (Figure II.9). Les molécules d'eau détruisent partiellement la cohésion mécanique du réseau qui était assurée par ces liaisons secondaires et augmentent la mobilité des chaînes ou des segments de chaînes macromoléculaires. Cette mobilité accrue va affecter les propriétés mécaniques ainsi que les propriétés physico-chimiques du polymère.

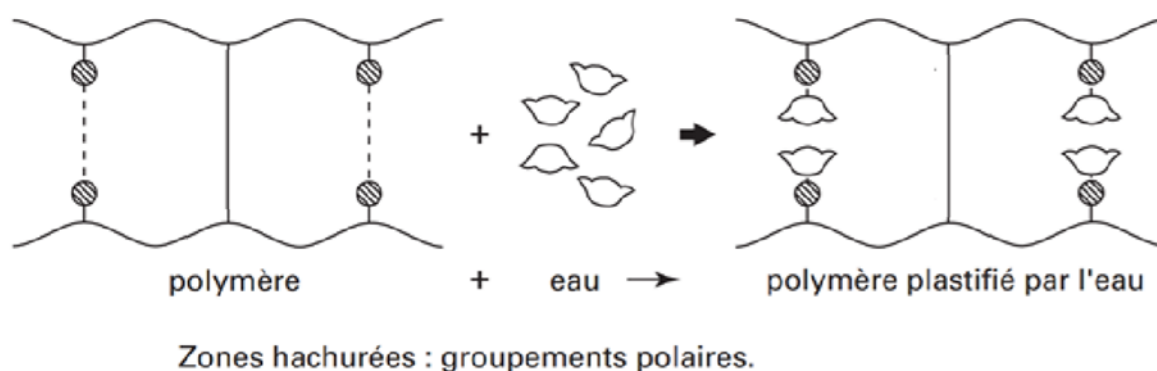


Figure II.9 : Effet de la plastification dans un réseau de macromolécules, d'après [59].

II.2.4.4. Sorption et désorption : les effets d'hystérésis

Certains travaux montrent que le comportement diffusion d'un polymère peut présenter une hystérésis lors de cycles sorption désorption. En pratique, cela se traduit par l'existence de coefficients de diffusion significativement différents selon que l'eau est absorbée ou désorbée par le matériau. De tels résultats sont compatibles avec l'idée, déjà évoquée par ailleurs, d'une dépendance des coefficients de diffusion vis-à-vis de la teneur en eau [60].

II.3. Les effets irréversibles induits par la présence d'eau

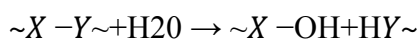
II.3.1. Le vieillissement chimique en présence d'eau Hydrolyse

S'accompagnant d'une hydrolyse, entraîne des coupures statistiques des chaînes macromoléculaires du polymère, d'où une altération, à terme, des propriétés mécaniques. La

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

réaction est généralement très lente à température ambiante, la vitesse de l'action chimique élémentaire étant elle-même faible et le processus étant le plus souvent contrôlée par la diffusion (également lente) de l'eau dans le matériau [61].

L'hydrolyse peut être schématisée comme suit : [59]



Le groupement hydrolysable $\sim X - Y \sim$ peut être de différents types : ester, amide, imide et dans une moindre mesure d'autres groupements comme les silicones ou polyéther [59].

II.3.2. Chute des résistances limites

A l'instar des rigidités, les résistances limites peuvent varier suite à l'exposition à un environnement humide. Les contraintes ultimes ont tendance à diminuer suite à l'absorption d'humidité et à augmenter en désorption. Le phénomène est partiellement réversible [62].

II.4. Les effets d'absorption d'eau et d'humidité dans les composites à fibres végétales

La morphologie des fibres naturelles liée à leurs parties creuses diminue leur densité apparente et par la même occasion augmente leur pouvoir hygroscopique [63]. L'eau réduit la cohésion entre les microfibrilles, en s'infiltrant dans les fibres et agit comme un plastifiant en transformant la matrice pectique, initialement fragile, en un gel pratiquement fluide [64]. D'autre part, l'absorption d'humidité par les fibres végétales affecte fortement leur liaison avec la résine entraînant ainsi un vieillissement prématuré par dégradation et diminution de la résistance mécanique [65-67].

L'absorption d'humidité par la fibre de lin suit initialement une relation linéaire avec une diffusion de type de Fickienne et ralentit quand la teneur en eau s'approche de l'équilibre [68].

Les composites à fibres naturelles peuvent absorber beaucoup plus de ressources en eau que les composites à fibres synthétiques. A ce propos, plusieurs travaux de recherche ont analysé la diffusion d'eau dans ces matériaux composites. En particulier, de nombreuses études ont été menées sur la dégradation due à l'absorption d'eau des composites à fibres

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

naturelles. Les mécanismes de vieillissement de ces matériaux ont été principalement étudiés à l'échelle macro. Souvent, l'interface fibre/matrice est citée comme la région la plus affectée par ces dégradations, ce qui entraîne une diminution des propriétés mécaniques de ces composites. En effet, l'humidité peut sérieusement endommager l'interface fibre/matrice, entraînant une détérioration des rendements de transfert de contrainte de la matrice aux fibres. Le processus de dégradation commence par le gonflement des fibres qui crée une contrainte à l'interface et provoque une microfissuration de la matrice autour des fibres. Les fissures exacerbent l'absorption d'eau et s'en attaque sur l'interface des fibres et de la matrice. L'eau absorbée commence à établir des liaisons hydrogènes moléculaires avec les fibres et diminue ainsi la liaison entre les fibres et la matrice. Celles-ci entraînent le décollement entre la fibre et la matrice. L'effet néfaste de l'humidité sur les composites à fibres naturelles est bien connu et de nombreux efforts ont été consacrés aux modèles d'absorption d'eau et à la réduction due à l'humidité sur les performances mécaniques de ces composites[49].

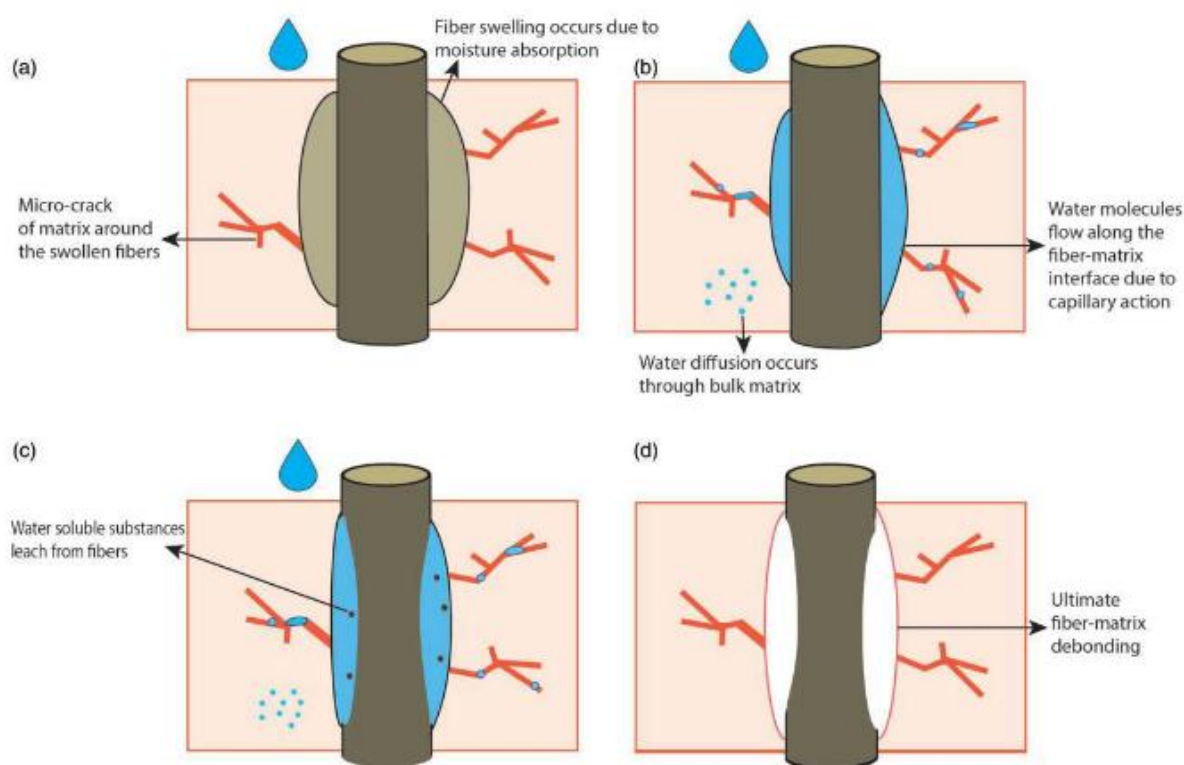


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..10 Effet de l'eau sur l'interface fibre végétale/matrice.

Chapitre II Matériau de l'étude et phénomène d'absorption de l'eau

Chapitre III : La méthode de surface de réponse

III.1. Introduction

Les plans d'expériences sont des techniques qui permettent de quantifier les effets de divers facteurs sur une réponse et de les optimiser dans des domaines expérimentaux bien déterminés. On organise une suite d'essais consistant à manipuler les facteurs afin de décrire la méthode permettant d'obtenir la réponse optimale [69].

Le terme d'optimisation a été largement utilisé en chimie analytique comme moyen de découvrir les conditions dans lesquelles l'application d'une procédure donne la meilleure réponse. Parmi les techniques multi variées les plus pertinentes utilisées dans l'optimisation analytique figure la méthode de surface de réponse (MSR) [70].

III.2. La Méthodologie de Surface de Réponse (MSR)

III.2.1. Définition

La méthodologie de surface de réponse est un outil efficace pour optimiser les processus lorsque de nombreux facteurs et interactions affectent la réponse attendue d'un processus de production, décrit à l'origine par Box et Wilson [71].

L'objectif d'une telle méthodologie est de : [72]

- déterminer les conditions de fonctionnement optimales pour un système ou un processus,
- déterminer une région de l'espace des facteurs dans laquelle des caractéristiques de fonctionnement (les réponses) sont satisfaites,
- modéliser et analyser un processus pour lequel la réponse est influencée par plusieurs variables,
- établir un rapport (équation de la surface de réponse) entre la réponse et les variables indépendantes qui est dans la plupart des cas inconnu.

III.2.2. Principe de Méthode des surfaces de réponse (M.S.R)

Dans le cas général, on appelle surface de réponse, la représentation géométrique de la réponse d'un processus physique spatio-temporel aléatoire à des variables stimuli. La propriété étudiée, ou réponse Y, résulte alors du transfert par une fonction de réponse explicite, ou fonction de transfert, des variables d'entrée du système, le changement de

valeurs de ces variables entraînant un changement de la valeur de la fonction de réponse. Les modèles expérimentaux des surfaces de réponse prennent en considération le choix des variables stimuli, la définition des périodes d'observation et le calcul d'erreur. Les variables d'entrée, stimuli représentatifs du phénomène, sont notées X_i ($i = 1, \dots, n$), et sont appelées aussi variables de base du phénomène. Elles sont caractérisées par un ensemble d'informations statistiques notées θ_j ($j = 1, \dots, p$) (fonctions de distribution indépendantes ou corrélées, moments normalisés, ...). Dans le cas général, les variables X_i sont des processus spatio-temporels, dits stochastiques ramenés à des vecteurs aléatoires lorsqu'on fixe les indices de temps et d'espace[73].

Ce transfert des variables stimuli peut être représenté par le schéma de la figure III.1.

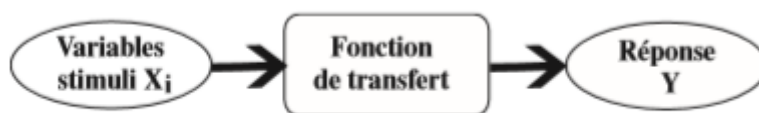


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..17 Schéma d'une fonction de transfert

Après l'étape d'ajustement du modèle on représente graphiquement celui-ci à l'aide de graphiques de type « surface de réponse » et courbes iso réponses, qui permettent de visualiser le comportement de la réponse en fonction des facteurs, ces graphiques procurent une aide appréciable dans l'exploitation du modèle en vue d'une optimisation du système expérimental[74].

La MSR est basée sur une relation d'approximation entre la réponse mesurée y et n variables aléatoires (les facteurs étudiés) en utilisant les données observées d'un processus ou d'un système. La réponse est généralement obtenue par des essais réels ou des simulations numériques. Dans la plupart des cas, la fonction Y qui est une approximation de la réponse mesurée y , est un modèle polynomial du premier ou deuxième degré. Généralement le modèle est donné par :[72]

Y

$$= \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 + \sum_{i < j}^k \beta_{ij} x_i x_j$$

Dans cette expression, Y représente la réponse à modéliser, β_0 représente la constante du modèle qui sert à estimer la réponse Y lorsque les valeurs de tous les facteurs sont fixées à zéro en variable codée (centre du domaine). De même β_i, β_{ij} sont les coefficients du polynôme à estimer. Le signe et l'amplitude des coefficients β_{ij} traduisent l'orientation des axes principaux de la surface de réponse par rapport aux axes du repère initial. Le nombre d'inconnues d'un modèle de second degré est donné par la formule suivante : [75]

$$P = \frac{(K+2)!}{K!2!} = \frac{(K+2)(K+1)}{2}$$

Ce modèle est appelé surface de réponse (Figure III.2) et il est très classique pour décrire des phénomènes physiques.

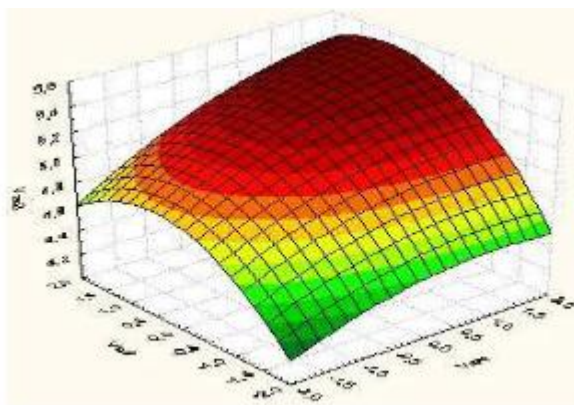


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..18Surface de Réponse 3D.

Modèle de second ordre est utilisé pour chercher le caractère non linéaire du phénomène étudié. De même la fonction Y d'approximation, peut- être écrite sous la forme matricielle comme suit : [72]

$$Y = X \cdot \beta + \varepsilon \text{(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..21)}$$

Dans la relation ci-dessus X est la matrice de calcul des effets ou la matrice d'expériences, le vecteur β est le vecteur des coefficients du modèle qui contient seulement les coefficients du modèle qui ne sont pas connus, mais qui sont déterminés généralement en minimisant la somme des carrés des résidus ε [72].

III.2.3. Etapes de l'application du MSR

Certaines étapes de l'application du MSR comme technique d'optimisation sont les suivantes :

III.2.3.1. Criblage des variables

De nombreuses variables peuvent affecter la réponse du système étudié, et il est pratiquement impossible d'identifier et de contrôler les petites contributions de chaque un. Par conséquent, il est nécessaire de sélectionner les variables ayant des effets majeurs. Des plans de criblage devraient être réalisés pour déterminer laquelle des nombreuses variables expérimentales et leurs interactions présentent des effets les plus significatifs [70]. Ils sont appliqués dans le cadre de l'optimisation des techniques de séparation lors du criblage et des tests de robustesse, et dans le cadre de l'optimisation de formulations, de produits ou de procédés. Le plus souvent, les plans de criblage à deux niveaux, tels que les plans factoriels fractionnaires ou Plackett-Burman [76] sont les plus utilisées dans l'étape de sélection des facteurs car ils sont économiques et efficaces [77].

III.2.3.2. Choix du plan expérimental

Le modèle le plus simple qui peut être utilisé dans MSR est basé sur une fonction linéaire. Pour son application, il faut que les réponses obtenues soient bien ajustées à l'équation suivante :

$$\gamma = \beta_0 \sum_k i = \mathbf{1}\beta_i + \varepsilon \text{(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..22)}$$

Où k est le nombre de variables, B_0 est le terme constant, B représente les coefficients des paramètres linéaires, x_i représente les variables, et c est le résidu associé aux expériences.

Par conséquent, les réponses ne doivent présenter aucune courbure. Pour évaluer la courbure, un modèle du second ordre doit être utilisé. Des plans factoriels à deux niveaux sont utilisés pour estimer les effets de premier ordre, mais ils échouent lorsque des effets supplémentaires, tels que les effets de second ordre, sont significatifs. Ainsi, un point central dans les plans factoriels à deux niveaux peut être utilisé pour évaluer la courbure.

Le niveau suivant du modèle polynomial devrait contenir des termes supplémentaires, qui décrivent l'interaction entre les différentes variables expérimentales. De cette façon, un modèle pour une interaction du second ordre présente les termes suivants:

$$y = \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ij} x_j^2 + \sum_{1 \leq i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (\text{Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..23})$$

Où B_{ij} représente les coefficients des paramètres d'interaction

Afin de déterminer un point critique (maximum, minimum ou selle), il est nécessaire pour la fonction polynomiale pour contenir des termes quadratiques selon l'équation présentée ci-dessous:

$$y = \beta_0 + \sum_j k \quad (\text{Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..24})$$

Pour estimer les paramètres dans l'Equation (III.6), la conception expérimentale doit garantir que toutes les variables étudiées sont effectuées à au moins trois niveaux de facteurs. Ainsi, deux modèles de surface de réponse symétrique de modélisation sont disponibles. Parmi les conceptions symétriques du second ordre les plus connues, on trouve la conception factorielle à trois niveaux, la conception Box-Behnken, la conception composite centrale et la conception Doehlert. Ces conceptions symétriques diffèrent les unes des autres en ce qui concerne leur sélection de points expérimentaux, le nombre de niveaux pour les variables et le nombre d'exécutions et de blocs. Ces matrices expérimentales sont présentées et discutées dans la section 4[70].

III.2.3.3. Traitement mathématique et statistique des données

Après avoir acquis des données relatives à chaque point expérimental d'un plan choisi, il est nécessaire d'ajuster une équation mathématique pour décrire le comportement de la réponse en fonction des niveaux de valeurs étudiés. En d'autres termes, il doit y avoir des estimations des paramètres des équations. (III.4) – (III.6). Par conséquent, en notation matricielle, équations. (III.4) - (III.6) peut être représenté par

$$Y_m X_I = X_m b_{n \times 1} + e_{m \times 1} \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..25)}$$

Où y est le vecteur de réponse. X est la matrice du plan expérimental choisi, b est le vecteur constitué par les paramètres du modèle, e est le résidu, et m et n représentent les nombres de lignes et de colonnes des matrices, respectivement l'équation (III.7) est résolue en utilisant une approche statistique appelée méthode des moindres carrés (MLS). MLS est une technique de régression multiple utilisé pour ajuster un modèle mathématique à un ensemble d'expérimentaux générant le résidu le plus bas possible. Après les transformations mathématiques de l'équation (III.8), un vecteur b contenant les paramètres peut être obtenu par l'équation suivante:

$$b_{n,1} = (X_{m,n}^T X_{m,n})^{-1} (X_{n,m}^T Y_{m,i}) \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..26)}$$

Est utilisé dans la construction de la surface de réponse qui décrit le comportement de la réponse (s) dans le domaine expérimental. Le grand avantage de l'Equation. (III.9) est le faible coût de calcul nécessaire pour déterminer les b coefficients. Dans le LSM, on suppose que les erreurs présentent un profil de distribution aléatoire avec une moyenne nulle et une variance inconnue commune et que ces erreurs sont indépendantes les unes des autres. De cette manière, l'estimation de la variance de la composante cache du vecteur b est couramment obtenue par des répétitions authentiques du point central vers Equation. (III.9):

$$V(b)_{n,n} = (X_{n,m}^T X_{mn})^{-1} S^2 \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..27)}$$

Ainsi, l'extraction de la racine carrée de la composante cache de V (b) conduit à obtenir les erreurs types pour les b coefficients qui composent l'équation de la surface de réponse, permettant d'évaluer son importance [70].

III.2.3.4. Evaluation du modèle ajusté

Le modèle mathématique trouvé après ajustement de la fonction aux données peut parfois ne pas décrire de manière satisfaisante le domaine expérimental étudié. La manière la plus fiable d'évaluer la qualité du modèle ajusté est l'application de l'analyse de variance (ANOVA). L'idée centrale de l'ANOVA est de comparer la variation due au traitement (changement dans la combinaison des niveaux variables) avec la variation due aux erreurs aléatoires inhérentes aux mesures des réponses générées. À partir de cette comparaison, il est possible d'évaluer la signification de la régression utilisée pour prévoir les réponses compte tenu des sources de variance expérimentale.

L'absence de test d'ajustement est une autre façon d'évaluer le modèle. Il exprime la variation des données autour du modèle ajusté un modèle sera bien ajusté aux données expérimentales s'il présente une régression significative et un manque d'ajustement non significatif. En d'autres termes, la majeure partie de l'observation de la variation doit être décrite par l'équation de régression, et le reste de la variation sera certainement dû aux résidus. La plupart des variations liées aux résidus sont dues à une erreur pure (fluctuation aléatoire des mesures) et non à un manque d'ajustement, qui est directement lié à la qualité du modèle [70].

III.2.3.5. Détermination de l'optimum

Les surfaces générées par les modèles linéaires peuvent être utilisées pour indiquer la direction dans laquelle le dessin original doit être déplacé afin d'atteindre les conditions optimales. Cependant, si la région expérimentale ne peut pas être déplacée pour des raisons physiques ou instrumentales, la recherche doit trouver la meilleure condition opérationnelle à l'intérieur de la condition expérimentale étudiée par inspection visuelle [70].

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i>j}^k \beta_{ij} X_i X_j + E(\text{Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..28})$$

III.2.4. Définition des facteurs et des niveaux

Il convient donc de standardiser les variations de ces paramètres pour avoir accès aux outils généraux de construction des plans d'expériences. Pour cela on utilise une relation de codage unique définie à partir de la transformation bijective définissant la valeur x à partir de la relation (équation III.11), que l'on peut retrouver dans l'ensemble des ouvrages traitant des plans pour étude de surface de réponses comme par exemple : [78]

$$X_i = \frac{u_i - \left(\frac{u_{max} + u_{min}}{2}\right)}{\left(\frac{u_{max} - u_{min}}{2}\right)}$$

Et étant les bornes définies par l'utilisateur et u_i le niveau réel donné aux facteurs lors de l'expérimentation. Le facteur codé x transformé du facteur est sans dimension et ses valeurs sont comprises dans l'intervalle borné [-1 ; +1].

III.2.5. Définition d'une réponse

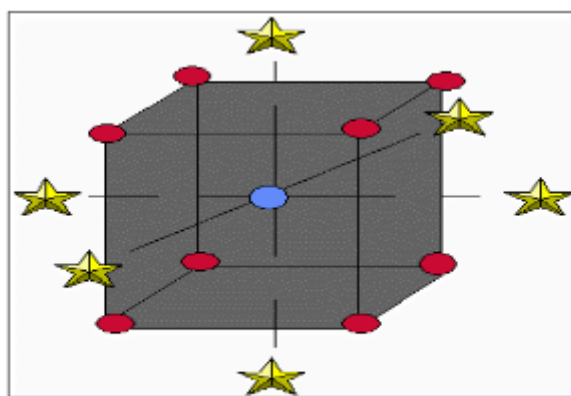
Une réponse Y correspond à un paramètre de sortie du système étudié. Elle doit être représentative et le moins dispersée possible pour des variables d'entrées constantes. La réponse Y peut être exprimée sous la forme $Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n)$ où f est la relation fonctionnelle qui lie la réponse aux n facteurs $X_1, X_2, X_3, \dots, X_n$. Dans le cadre des processus d'optimisation, la grandeur étudiée dont on recherche les meilleures valeurs est généralement appelée fonction objectif. Les fonctions objectives peuvent être une réponse particulière ou une combinaison de plusieurs réponses du système étudié [79].

III.2.6. Les types de plans d'expériences

III.2.6.1. Plans Composite Centraux

Les Plans Composites Centraux sont un bon complément des plans orthogonaux, de par leurs propriétés statistiques, mais aussi parce qu'ils sont meilleurs que les plans orthogonaux pour certains problèmes. Ils sont développés, en particulier, dans la Méthodologie des Surfaces de Réponse, et ils permettent l'étude d'un modèle quadratique, dans la plupart des cas des phénomènes non linéaires. Tous les facteurs pour lesquels on souhaite tester l'influence quadratique auront 5 niveaux. Les plans composites centraux sont constitués de trois parties, ce qui permet une démarche séquentielle : [72]

- Le point au centre du domaine expérimental (Figure III.3), usuellement noté par 0 répété plusieurs (n_0) fois pour estimer la variance de répétabilité.
- Un plan orthogonal en NF essais, qui est le plus souvent un plan factoriel ou un plan de Box-Hunter, et qui combine des facteurs à 2 niveaux usuellement notés +1 et -1.
- Les points entoilés (Figure III.4). Ces points représentent 2 essais par facteur, usuellement notés $+\delta$ et $-\delta$.



Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..**19** : Plan composite centré pour 3 facteurs.

Pour respecter le critère de presque orthogonalité, la valeur de δ doit vérifier par l'équation

III.12 ci-dessous :**[80]**

δ

$$= \sqrt{\frac{n_f(\sqrt{n} + \sqrt{n_f})^2}{4}}$$

(Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document.. Erreur ! Sign

Où $n = n_0 + n_\delta + n_f$.

Le domaine de variation des facteurs est ramené à $[-\delta ; +\delta]$. Ainsi, un facteur variant dans l'intervalle [Min ; Max] sera découpé en 5 niveaux : $-\delta, -1, 0, +1, +\delta$ calculés selon le tableau:

| Niveau | Valeurs réelles |
|-----------|---|
| $-\delta$ | Min |
| -1 | $\frac{Min+Max}{2} - \frac{1}{\delta}(Max - \frac{Min+Max}{2})$ |
| 0 | $\frac{Min+Max}{2}$ |
| +1 | $\frac{Min+Max}{2} + \frac{1}{\delta}(Max - \frac{Min+Max}{2})$ |
| $+\delta$ | Max |

Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..2 : Calcul des niveaux des facteurs

III.2.6.2. Les plans de Box-Behnken

Un plan Box-Behnken permet d'établir directement des modèles du second degré. Tous les facteurs ont trois niveaux : -1, 0 et +1. Ces plans sont faciles à mettre en œuvre et possèdent la propriété de séquentialité. On peut entreprendre l'étude des k premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveaux sans perdre les résultats des essais déjà effectués. Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est construit sur un cube (figure III.4). On place les points expérimentaux non pas aux sommets du cube mais au milieu des arêtes ou au centre des faces (carrés) ou au centre des cubes [80]. Cette disposition a pour conséquence de répartir tous les points expérimentaux à égale distance du centre du domaine d'étude, On ajoute des points au centre du domaine d'étude.

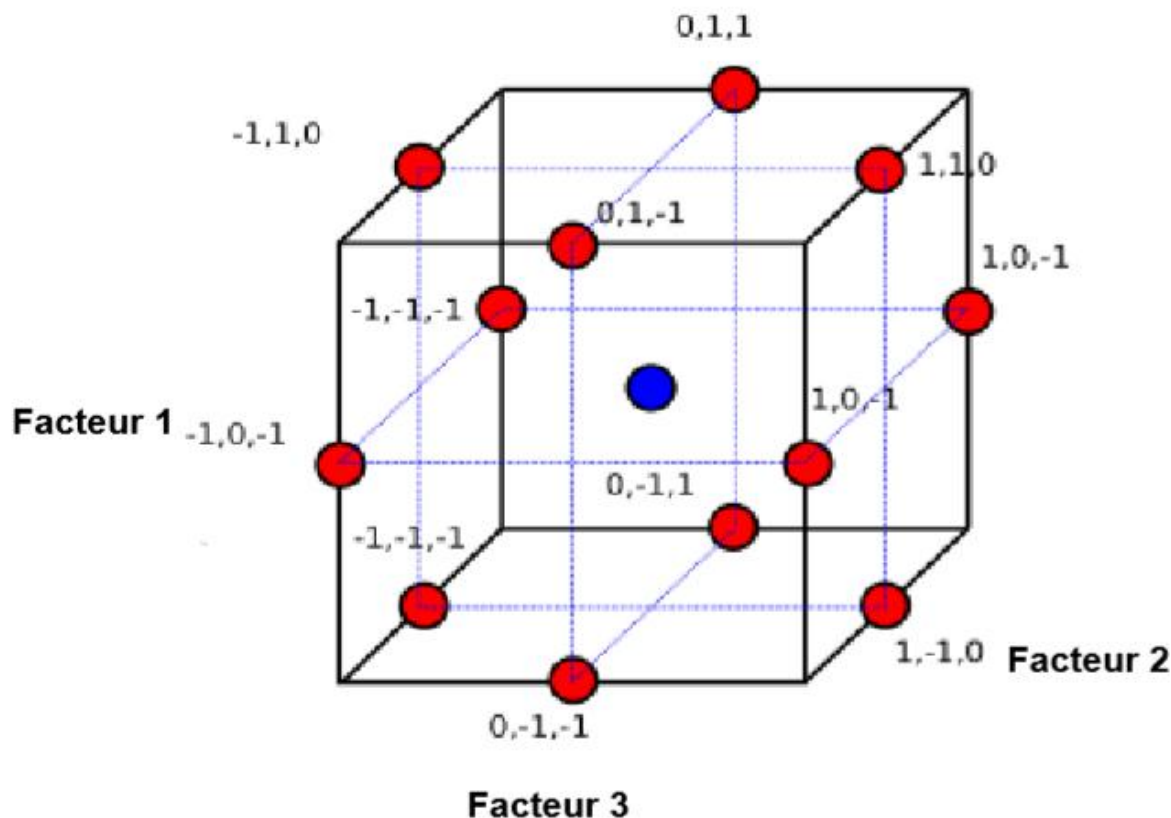


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..20 : Plan de Box-Behnken pour trois facteurs.

III.2.7. Construction de la méthodologie de surface de réponse

La méthodologie de surface de réponse consiste à représenter une réponse y comme la somme d'un méta modèle polynomial de faible degré (ordre un ou deux) et d'un terme d'erreur ε ayant une distribution normale avec une moyenne nulle $E(\varepsilon) = 0$. Avec la condition liée aux degrés de liberté $N=p$ (N le nombre d'expériences et p le nombre de coefficients du modèle), et pour les situations les plus courantes $N>p$, les modèles utilisés ne passent pas exactement par les points d'expériences. Les coefficients des polynômes modélisateurs sont alors calculés par l'équation III.13 : [72]

$$Y = X\beta + \varepsilon \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..30)}$$

L'estimation $\hat{\beta}$ du vecteur β doit être réalisée de telle façon que l'erreur de modélisation soit minimale. Le critère des moindres carrés traduit cette exigence par un objectif équivalent : Minimisation des carrés des écarts ou encore, en supposant la normalité de la valeur d'erreur ε ($N(0, \sigma^2)$)

$$\|\varepsilon\|^2 = \|\mathbf{y} - \mathbf{X}\hat{\beta}\|^2 \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..31)}$$

Minimal tel que :

$$\frac{\partial \|\varepsilon\|^2}{\partial \hat{\beta}} = \mathbf{0} \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..32)}$$

$$\|\mathbf{y} - \mathbf{X}\hat{\beta}\|^2 = (\mathbf{y} - \mathbf{X}\hat{\beta})^t (\mathbf{y} - \mathbf{X}\hat{\beta}) = \mathbf{y}^t \mathbf{y} - 2\hat{\beta}^t \mathbf{X}^t \mathbf{y} + \hat{\beta}^t \mathbf{X}^t \mathbf{X} \hat{\beta} \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..33)}$$

Nous faisons l'hypothèse supplémentaire que la matrice $\mathbf{X}^t \mathbf{X}$ est inversible. Alors, l'estimation des paramètres β est donnée par :

$$\hat{\beta} = (\mathbf{X}^t \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^t \mathbf{y} \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..34)}$$

Les valeurs ajustées (ou estimées, prédites) de y ont pour expression :

$$\hat{\mathbf{y}} = \hat{\mathbf{X}}\hat{\beta} = (\mathbf{X}^t \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^t \mathbf{y} \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..35)}$$

On note ε le vecteur des résidus

$$\varepsilon = \mathbf{y} - \hat{\mathbf{y}} = \mathbf{y} - \hat{\mathbf{X}}\hat{\beta} = (\mathbf{I} - (\mathbf{X}^t \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^t) \mathbf{y} \text{ (Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..36)}$$

III.2.8. La MSR pour l'optimisation en ingénierie

Une fois la modélisation terminée, le problème à l'étude doit être optimisé. Plusieurs méthodes d'optimisation peuvent permettre d'optimiser simultanément les différentes réponses découlant de l'emploi de la méthode des surfaces de réponses.

III.2.8.1. Méthode graphique

La première méthode de résolution est l'approche graphique. Pour cela, il suffit de tracer des courbes d'iso réponses pour chaque critère en fonction des variables, puis d'hachurer les zones intéressantes suivant les objectifs retenus. Enfin, par superposition des graphes, on fait apparaître les zones de compromis. Malheureusement, si cette méthode semble très attractive pour des cas simples avec 2 ou 3 variables, elle devient très lourde pour des problèmes plus complexes. Parce que, l'utilisateur doit jongler avec un grand nombre de graphiques pour découvrir le meilleur compromis.

III.2.8.2. Méthodes numériques

Cette méthode numérique présente le double avantage d'une conception simple et d'une recherche systématique. Pour réaliser cette recherche, il suffit de quadriller la zone expérimentale, et de calculer en chacun des nœuds les valeurs obtenues pour les différentes réponses. On obtient ainsi les différents points présentant des valeurs obtenues pour tous les critères. L'inconvénient majeur vient essentiellement de la difficulté d'obtenir à la fois une grande précision et un temps de calcul raisonnable :

- Un maillage trop fin augmente le temps calcul,
- Un maillage trop large risque de ne pas signaler des zones solutions qui seraient intéressantes.

III.3. Conclusion

L'approche des plans d'expériences, consiste à organiser la démarche expérimentale et l'analyse décisionnelle en appliquant plusieurs outils et tests statistiques. L'utilisation des plans d'expériences conduit à établir un plan, comportant le maximum de précision dans les résultats avec un minimum d'expérience.

Dans le cadre de notre travail, la méthode de la surface de réponse a été choisi afin d'étudier l'influence des différents paramètres géométriques.

Chapitre IV : Résultat et discussion

IV.1. Introduction

Dans un environnement humide, un composite à renforts naturels a tendance absorbé de l'eau à cause de la nature hydrophile des renforts. La présence de cette eau dans la composite présente des effets indésirables sur les propriétés physique et chimique du matériau.

IV.2. Plans d'expériences

Les plans d'expériences peuvent être utilisés pour étudier des phénomènes complexes souvent non linéaires, afin de comprendre leur fonctionnement et d'optimiser leurs performances [81]. D'une manière générale cette technique est expérimentale et les réponses sont obtenues à partir d'essais (ou calculs numériques simulant les essais). La méthode des plans d'expériences permet d'obtenir un maximum d'informations concernant l'influence des paramètres opératoires sur un processus ou un système [82], ainsi que la meilleure précision possible sur la modélisation des résultats [78]. Notre choix pour cette technique est justifié parce que la MPE nous propose un nombre minimum d'essais, ce qui réduit le cout des expérimentations lors de la conception de nouveaux produits.

Intéressantes et avoir comment choisir les expériences pour :

- Avoir des meilleurs résultats,
- Eviter de réaliser des expériences inutiles,
- Obtenir la meilleure précision possible sur les résultats,
- Permettre d'avancer à coup sûr,
- Etablir la modélisation du phénomène étudié,
- Apercevoir la solution optimale [74].

La résolution de ces problèmes se fait à l'aide des logiciels de construction des plans d'expériences comme (SPSS, design-expert...) qui nous donne les résultats et les représentations graphiques qui les illustrent [83].

IV.2.1. Méthode appliquée

On applique pour la détermination des modèles mathématiques la méthodologie de surface de réponse (MSR), en utilisant un logiciel de statistique, Design-Expert 13. Cette méthode a

pour objectif de déterminer les facteurs et les interactions qui ont un effet statistiquement significatif.

IV.2.2. Modélisation mathématiques

Une loi d'évolution générale est donnée lors de l'absence de toute information concernant la fonction qui met en relation la réponse aux facteurs, elle est du type :

$$y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n)$$

Etant trop générale, il en est d'usage de prendre un développement limité de Taylor-Marc Laurin. Le développement précédent prend la forme d'un polynôme de degré plus au moins élevé si les dérivés sont considérés comme des constantes, elle s'écrit :

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i X_i + \sum_{(i,j)} a_{ij} X_{ij} \mp \varepsilon \text{(IV.1)}$$

a_0 : La moyenne des réponses

X_i : Le niveau de facteur i.

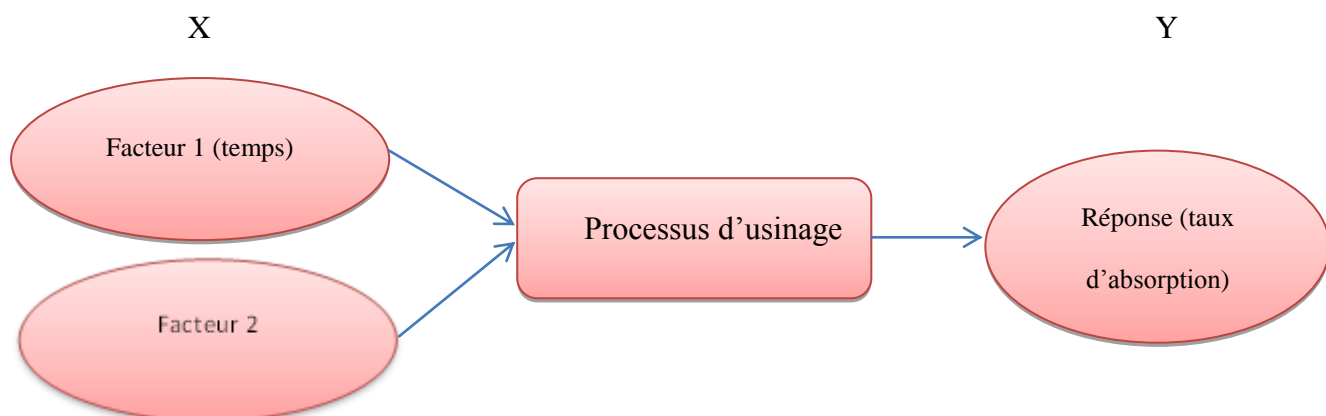
X_{ij} : L'interaction entre le facteur i et j.

$a_i a_{ij}$: Les Coefficients du modèle.

ε : L'écart type expérimental.

IV.2.3. Terminologie

La grandeur d'intérêt, qui est généralement notée Y, porte le nom de réponse. Les variables qui peuvent modifier a réponses ont appelées facteurs. On parle donc des facteurs qui influent sur une réponse. Les termes facteur et réponse sont universellement employés dans le domaine des plans d'expériences. Dans notre étude on a deux facteurs (temps, taux de renfort PEHD/liège) la réponse est le taux d'adsorption. Le diagramme ci-dessous résume de manière plus simple cette définition :



IV.3. Techniques expérimentales

IV.3.1. Matériaux et méthode

IV.3.1.1. Matériaux utilisés

Dans le cadre de cette étude le matériau utilisé est un composite à matrice PEHD renforcé de liège de diamètre (PEHD/Liège 1mm, PEHD/Liège 2mm).



Figure IV.1 : les plaques en matériaux composites de (1 mm, 2mm).

IV.3.1.2. Suivi gravimétrique des cinétiques d'absorption d'eau

Il existe plusieurs méthodes pour estimer la quantité d'humidité absorbée par les matériaux composites. La plus utilisée est la méthode gravimétrique, qui consiste à la prise de masse de l'échantillon avant et après vieillissement. Elle consiste à suivre l'évolution de la masse des échantillons dans le temps pour des intervalles réguliers sur une période totale de plus de 600

heures. Pour cela une série d'échantillons de stratifiés de différentes épaisseurs ont été prélevés à partir de chaque plaque biocomposites afin de mesurer la cinétique d'absorption de l'eau. Les échantillons préalablement pesés sont immergés dans de l'eau distillée, puis ils sont sortis du bain et légèrement essuyés avec du papier absorbant à fin d'enlever le film d'eau présent à la surface. Les échantillons pesés sont immergés à nouveau et le processus se répète jusqu'à la saturation complète [84].

Les résultats de l'absorption des échantillons en fonction du temps sont illustrés dans le tableau ci-dessous

Tableau IV.1 : Résultats de l'absorption des échantillons en fonction du temps.

| Temps(h) | PEHD/Liège 2mm (1) | PEHD /Liège 1mm (2) | Liège 1mm (3) | Liège 2mm (4) |
|----------|-----------------------|---------------------|---------------|---------------|
| 0min | $P_0=8,663$ | $P_0=8,887$ | $P_0=6,1614$ | $P_0=4,6543$ |
| 20 min | 8,71 | 8,9095 | 6,5563 | 5,305 |
| 40 min | 8,7072 | 8,9065 | 6,727 | 5,4135 |
| 1 | 8,7192 | 8,9321 | 6,747 | 5,4377 |
| 2 | 8,7269 | 8,9343 | 6,8373 | 5,6103 |
| 4 | 8,7278 | 8,9377 | 6,9398 | 5,6485 |
| 8 | 8,7375 | 8,9387 | 6,9995 | 5,7011 |
| 12 | 8,7429 | 8,9406 | 7,083 | 5,7224 |
| 24 | 8,7562 | 8,9456 | 7,3487 | 5,9998 |
| 48 | 8,7966 | 8,9462 | 7,7345 | 6,3138 |
| 72 | 8,8375 | 8,9512 | 7,9535 | 6,7906 |
| 96 | 8,8421 | 8,9533 | 8,2827 | 7,3428 |
| 120 | 8,8553 | 8,9539 | 8,3613 | 7,4734 |
| 144 | 8,9081 | 8,9575 | 8,4845 | 7,7207 |
| 168 | 8,9136 | 8,9582 | 8,4951 | 7,7633 |
| 192 | 8,9299 | 8,9591 | 8,602 | 7,7671 |
| 216 | 8,9559 | 8,9609 | 8,6805 | 7,9257 |

| Temps(h) | PEHD/Liège 2mm (1) | PEHD /Liège 1mm (2) | Liège 1mm (3) | Liège 2mm(4) |
|----------|-----------------------|---------------------|---------------|--------------|
| 240 | 8,9787 | 8,9614 | 8,7459 | 8,0449 |
| 264 | 9,0081 | 8,9619 | 8,8484 | 8,2328 |
| 288 | 9,0795 | 8,9622 | 8,913 | 8,4407 |
| 312 | 9,0799 | 8,9624 | 8,9868 | 8,6209 |
| 336 | 9,0825 | 8,9631 | 8,9921 | 8,7409 |
| 360 | 9,0947 | 8,9639 | 8,9987 | 8,7938 |
| 384 | 9,1055 | 8,9642 | 9,1238 | 8,8905 |
| 408 | 9,1188 | 8,968 | 9,1266 | 8,9704 |
| 432 | 9,1312 | 8,9687 | 9,1285 | 9,0318 |
| 456 | 9,1499 | 8,9698 | 9,1314 | 9,2099 |
| 480 | 9,1589 | 8,9725 | 9,1341 | 9,2114 |
| 504 | 9,1744 | 8,9725 | 9,1341 | 9,2261 |
| 528 | 9,1831 | 8,9725 | 9,1341 | 9,2358 |
| 552 | 9,1972 | 8,9744 | 9,1341 | 9,4439 |
| 576 | 9,2018 | 8,9758 | 9,1341 | 9,5928 |
| 600 | 9,2159 | 8,9774 | 9,1341 | 9,6832 |
| 624 | 9,2291 | 8,9794 | 9,1341 | 9,7665 |
| 648 | 9,2371 | 8,9811 | 9,1341 | 9,8292 |
| 672 | 9,25206 | 8,9838 | 9,1341 | 9,8523 |
| 696 | 9,2612 | 8,9859 | 9,1341 | 10,0129 |
| 720 | 9,2664 | 8,9929 | 9,1341 | 10,0826 |
| 744 | 9,2708 | 8,9929 | 9,1341 | 10,1375 |
| 768 | 9,2785 | 8,9929 | 9,1341 | 10,1785 |
| 792 | 9,2832 | 8,9929 | 9,1341 | 10,2103 |
| 816 | 9,2924 | 8,9929 | 9,1341 | 10,2697 |
| 840 | 9,2987 | 8,9929 | 9,1341 | 10,3054 |
| 864 | 9,3051 | 8,9929 | | 10,3531 |
| 888 | 9,313 | 8,9929 | | 10,4815 |
| 912 | 9,3238 | 8,9929 | | 10,5457 |
| 936 | 9,3286 | 8,9929 | | 10,5457 |
| 960 | 9,3423 | 8,9929 | | 10,5457 |
| 984 | 9,3478 | 8,9929 | | 10,5457 |

| Temps(h) | PEHD/Liège 2mm (1) | PEHD /Liège 1mm (2) | Liège 1mm (3) | Liège 2mm (4) |
|----------|-----------------------|---------------------|---------------|---------------|
| 1008 | 9,3509 | 8,9929 | | 10,5457 |
| 1032 | 9,3518 | 8,9929 | | 10,5457 |
| 1056 | 9,3631 | | | 10,5457 |
| 1080 | 9,3705 | | | 10,5457 |
| 1104 | 9,3723 | | | 10,5457 |
| 1128 | 9,3772 | | | 10,5457 |
| 1152 | 9,3844 | | | 10,5457 |
| 1176 | 9,3873 | | | 10,5457 |
| 1200 | 9,3929 | | | 10,5457 |
| 1224 | 9,3985 | | | 10,5457 |
| 1248 | 9,4028 | | | 10,5457 |
| 1272 | 9,4088 | | | 10,5457 |
| 1296 | 9,4127 | | | 10,5457 |
| 1320 | 9,4182 | | | 10,5457 |
| 1344 | 9,4208 | | | 10,5457 |
| 1370 | 9,4208 | | | 10,5457 |
| 1394 | 9,4208 | | | 10,5457 |
| 1418 | 9,4208 | | | |
| 1442 | 9,4208 | | | |
| 1466 | 9,4208 | | | |
| 1490 | 9,4208 | | | |
| 1514 | 9,4208 | | | |
| 1538 | 9,4208 | | | |
| 1562 | 9,4208 | | | |
| 1586 | 9,4208 | | | |
| 1610 | 9,4208 | | | |
| 1634 | 9,4208 | | | |

IV.3.1.3. Pouvoir d'absorption d'eau

Le taux d'absorption du matériau composite peut être calculé par la différence de masse de l'échantillon exposé à l'eau et sa masse à l'état non vieillie.

$$\text{taux d'absorption} = \frac{P_t - P_0}{P_0} \times 100\% \text{(IV.2)}$$

P_t et P_0 sont respectivement la masse initiale et la masse de l'échantillon au temps t . Où P_t est la masse de l'échantillon à l'instant t . Lorsque la masse se stabilise, la teneur en eau globale alors calculée est la teneur à saturation. Aussi, les courbes de reprise en eau conventionnelles s'obtiennent en traçant cette évolution de la teneur en eau globale en fonction de la racine carrée du temps.

Les résultats de taux l'absorption des échantillons en fonction du temps sont dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV.2 : Résultats de taux l'absorption des échantillons en fonction du temps

| Temps (h) | Temps (s) | Temps ($s^{0.5}$) | Taux d'absorption PEHD/Liège 2mm | Taux d'absorption PEHD/liège 1mm | Taux d'absorption Liège 1 mm | Taux d'absorption Liège 2 mm |
|-----------|-----------|---------------------|----------------------------------|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 0 min | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 20 min | 1200 | 34.6410162 | 0.5425 | 0.2532 | 6.4093 | 13.9806 |
| 40 min | 2400 | 48.9897949 | 0.5102 | 0.2194 | 9.1797 | 16.3118 |
| 1 | 3600 | 60 | 0.6487 | 0.5075 | 9.5043 | 16.8317 |
| 2 | 7200 | 84.8528137 | 0.7376 | 0.5322 | 10.9699 | 20.5401 |
| 4 | 14400 | 120 | 0.7480 | 0.5705 | 12.6335 | 21.3609 |
| 8 | 28800 | 169.705628 | 0.860 | 0.5817 | 13.6024 | 22.4910 |
| 12 | 43200 | 207.846097 | 0.9223 | 0.6031 | 14.9576 | 22.9487 |
| 24 | 86400 | 293.938769 | 1.0758 | 0.6594 | 19.270 | 28.9088 |
| 48 | 172800 | 415.692194 | 1.5422 | 0.6661 | 25.5315 | 35.6552 |
| 72 | 259200 | 509.116883 | 2.0143 | 0.7224 | 29.0859 | 45.8995 |
| 96 | 345600 | 587.877538 | 2.0674 | 0.7460 | 34.4289 | 57.7638 |
| 120 | 432000 | 657.267069 | 2.2198 | 0.7528 | 35.7045 | 60.5698 |
| 144 | 518400 | 720 | 2.8293 | 0.7933 | 37.7041 | 65.8832 |
| 168 | 604800 | 777.688884 | 2.8928 | 0.8012 | 37.8761 | 66.7984 |
| 192 | 691200 | 831.384388 | 3.0809 | 0.8113 | 39.6111 | 66.8801 |
| 216 | 777600 | 881.816307 | 3.3810 | 0.8316 | 40.8852 | 70.2877 |
| 240 | 864000 | 929.516003 | 3.6442 | 0.8372 | 41.9466 | 72.8488 |

| Temps (h) | Temps (s) | Temps (s ^{0.5}) | Taux d'absorption PEHD/Liège 2mm | Taux d'absorption PEHD/liège 1mm | Taux d'absorption Liège 1 mm | Taux d'absorption Liège 2 mm |
|-----------|-----------|---------------------------|----------------------------------|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 264 | 950400 | 974.884609 | 3.9836 | 0.8428 | 43.6102 | 76.8859 |
| 288 | 1036800 | 1018.23377 | 4.8078 | 0.8462 | 44.6587 | 81.3527 |
| 312 | 1123200 | 1059.81130 | 4.8124 | 0.8484 | 45.8565 | 85.2244 |
| 336 | 1209600 | 1099.81817 | 4.8424 | 0.8563 | 45.9425 | 87.8027 |
| 360 | 1296000 | 1138.41996 | 4.9833 | 0.8653 | 46.0496 | 88.9393 |
| 384 | 1382400 | 1175.75508 | 5.1079 | 0.8687 | 48.0800 | 91.0169 |
| 408 | 1468800 | 1211.94059 | 5.2615 | 0.9114 | 48.1254 | 92.7336 |
| 432 | 1555200 | 1247.07658 | 5.4046 | 0.9193 | 48.1563 | 94.0528 |
| 456 | 1641600 | 1281.24939 | 5.6205 | 0.9317 | 48.2033 | 97.8794 |
| 480 | 1728000 | 1314.53414 | 5.7243 | 0.9621 | 48.2472 | 97.9116 |
| 504 | 1814400 | 1346.99666 | 5.9033 | 0.9621 | 48.2472 | 98.2274 |
| 528 | 1900800 | 1378.69504 | 6.0037 | 0.9621 | 48.2472 | 100.3696 |
| 552 | 1987200 | 1409.68082 | 6.1599 | 0.9835 | 48.2472 | 102.9070 |
| 576 | 2073600 | 1440 | 6.2196 | 0.9992 | 48.2472 | 106.1062 |
| 600 | 2160000 | 1469.69385 | 6.3823 | 1.0172 | | 108.0485 |
| 624 | 2246400 | 1498.79952 | 6.5347 | 1.0397 | | 109.8382 |
| 648 | 2332800 | 1527.35065 | 6.6270 | 1.0589 | | 111.1854 |
| 672 | 2419200 | 1555.37777 | 6.7997 | 1.0892 | | 111.6817 |
| 696 | 2505600 | 1582.90872 | 6.9052 | 1.1129 | | 115.1322 |
| 720 | 2592000 | 1609.96894 | 6.9653 | 1.1916 | | 116.6298 |
| 744 | 2678400 | 1636.58180 | 7.0160 | 1.1916 | | 117.8093 |
| 768 | 2764800 | 1662.76878 | 7.1049 | 1.1916 | | 118.6902 |
| 792 | 2851200 | 1688.54967 | 7.1592 | 1.1916 | | 119.3735 |
| 816 | 2937600 | 1713.94282 | 7.2654 | 1.1916 | | 120.6497 |
| 840 | 3024000 | 1738.96521 | 7.3381 | 1.1916 | | 121.4168 |
| 864 | 3110400 | 1763.63262 | 7.4120 | 1.1916 | | 122.4416 |

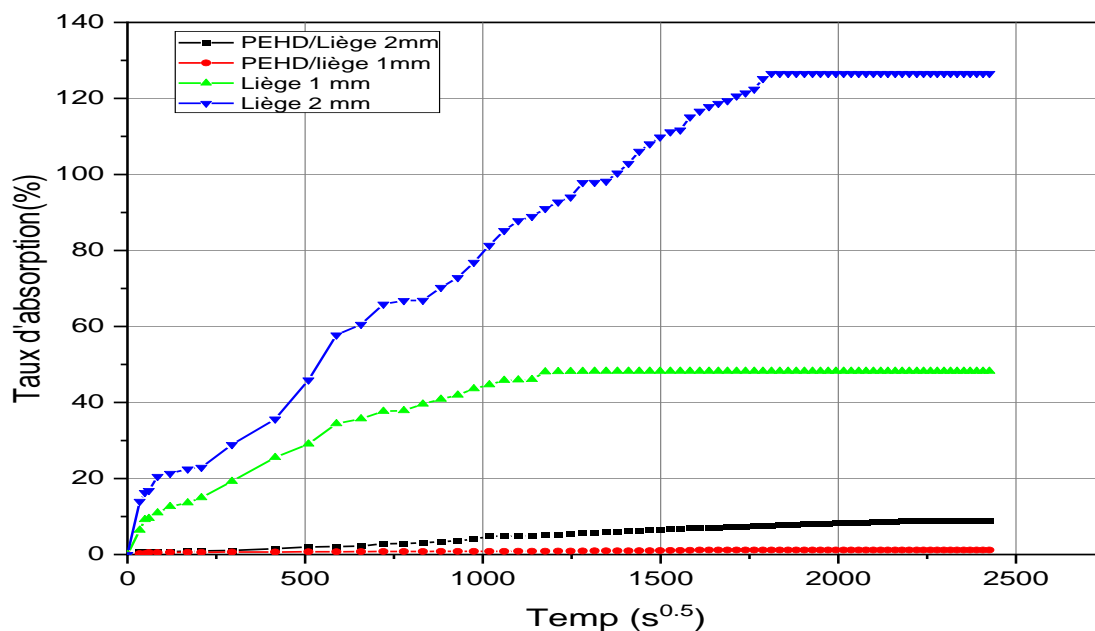
| Temps (h) | Temps (s) | Temps (s^{0.5}) | Taux d'absorption PEHD/Liège 2mm | Taux d'absorption PEHD/liège 1mm | Taux d'absorption Liège 1 mm | Taux d'absorption Liège 2 mm |
|------------------|------------------|--------------------------------|---|---|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 888 | 3196800 | 1787.95973 | 7.5032 | 1.1916 | | 125.2004 |
| 912 | 3283200 | 1811.96026 | 7.6278 | 1.1916 | | 126.5797 |
| 936 | 3369600 | 1835.64703 | 7.6833 | | | 126.5797 |
| 960 | 3456000 | 1859.03201 | 7.8414 | | | 126.5797 |
| 984 | 3542400 | 1882.12646 | 7.9049 | | | 126.5797 |
| 1008 | 3628800 | 1904.94094 | 7.9407 | | | 126.5797 |
| 1032 | 3715200 | 1927.48541 | 7.9511 | | | 126.5797 |
| 1056 | 3801600 | 1949.76922 | 8.0815 | | | 126.5797 |
| 1080 | 3888000 | 1971.80121 | 8.1669 | | | 126.5797 |
| 1104 | 3974400 | 1993.58973 | 8.1877 | | | 126.5797 |
| 1128 | 4060800 | 2015.14268 | 8.2443 | | | 126.5797 |
| 1152 | 4147200 | 2036.46753 | 8.3274 | | | |
| 1176 | 4233600 | 2057.57138 | 8.3608 | | | |
| 1200 | 4320000 | 2078.46097 | 8.4255 | | | |
| 1224 | 4406400 | 2099.14268 | 8.4901 | | | |
| 1248 | 4492800 | 2119.62261 | 8.5398 | | | |
| 1272 | 4579200 | 2139.90654 | 8.6090 | | | |
| 1296 | 4665600 | 2160 | 8.6540 | | | |
| 1320 | 4752000 | 2179.90826 | 8.7175 | | | |
| 1344 | 4838400 | 2199.63633 | 8.7475 | | | |
| 1370 | 4932000 | 2220.81066 | 8.7475 | | | |
| 1394 | 5018400 | 2240.17856 | 8.7475 | | | |
| 1418 | 5104800 | 2259.38045 | 8.7475 | | | |
| 1442 | 5191200 | 2278.42050 | 8.7475 | | | |
| 1466 | 5277600 | 2297.30277 | 8.7475 | | | |
| 1490 | 5364000 | 2316.03109 | 8.7475 | | | |

| Temps (h) | Temps (s) | Temps (s ^{0.5}) | Taux d'absorption PEHD/Liège 2mm | Taux d'absorption PEHD/liège 1mm | Taux d'absorption Liège 1 mm | Taux d'absorption Liège 2 mm |
|-----------|-----------|---------------------------|----------------------------------|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 1514 | 5450400 | 2334.60918 | 8.7475 | | | |
| 1538 | 5536800 | 2353.04059 | 8.7475 | | | |
| 1562 | 5623200 | 2371.32874 | 8.7475 | | | |
| 1586 | 5709600 | 2389.47693 | 8.7475 | | | |
| 1610 | 5796000 | 2407.48831 | 8.7475 | | | |
| 1634 | 5882400 | 2425.36595 | 8.7475 | | | |

On trace la courbe : Taux d'absorption (%) = f (Temps (s^{0.5}))

IV.4. Résultats et discussion

Sur la base des résultats des expériences, les absorptions d'eau obtenues pour la totalité de composites et renforts étudiés sont représentées sur la figure IV.2, Cette figure présente l'évolution du taux d'absorption d'eau (Pt) des fibres de liège.



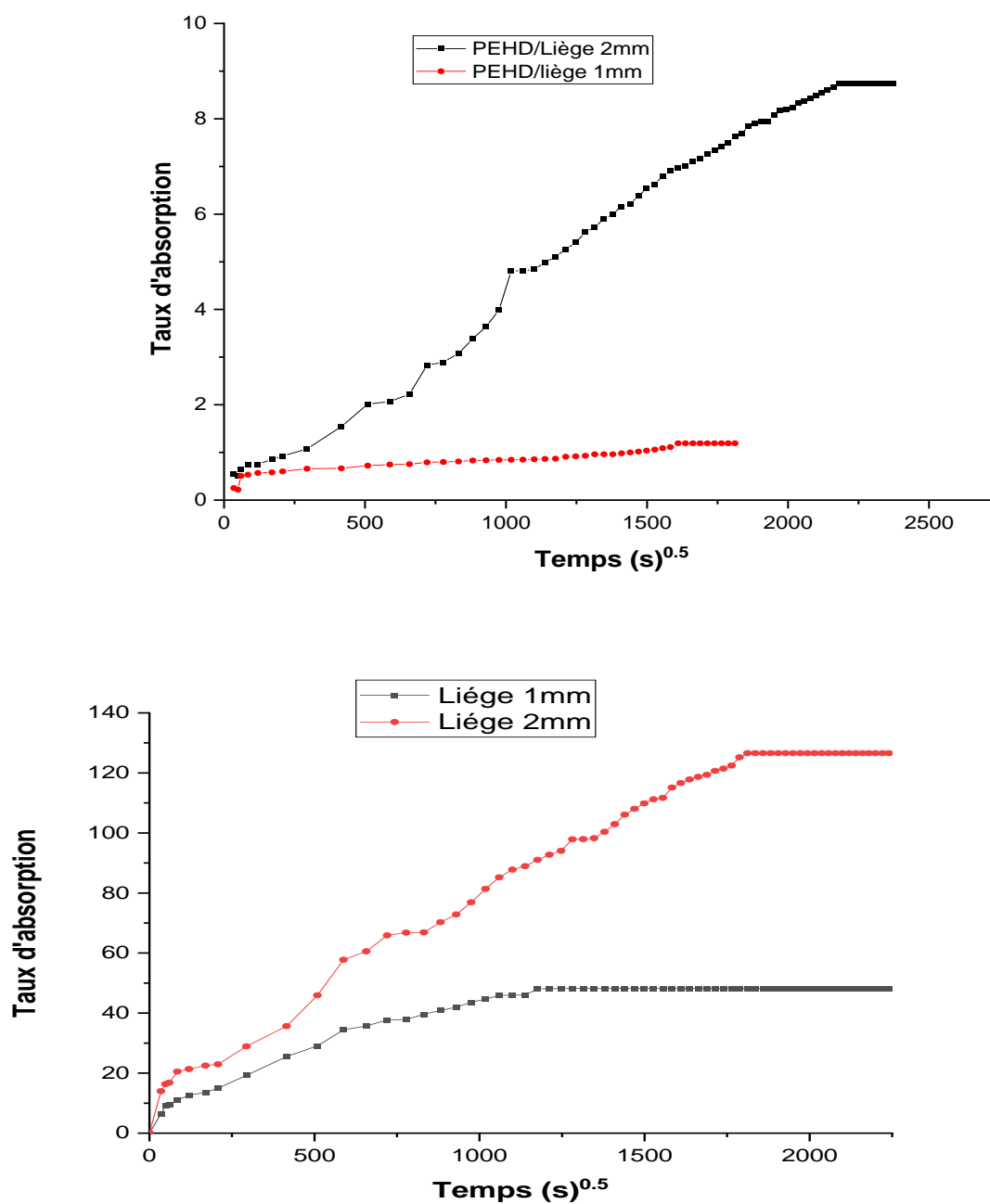


Figure IV.2: Taux d'absorption en fonction de la racine carré du temps.

L'évaluation de taux d'absorption de l'eau des composite PEHD/Liège on fonction de la racine carré du temps après 1634 heures d'immersion. On observe Dans les courbes (liège 2 mm, liège 1 mm), l'absorption d'eau augmente d'une manière proportionnelle avec la racine carrée du temps d'immersion et à l'augmentation de l'épaisseur. Cette zone est quasi linéaire pour des valeurs d'absorption. Cette partie linéaire de la courbe renseigne sur la diffusivité des molécules d'eau qui dépend de la vitesse de pénétration de l'eau dans le matériau. La

deuxième partie est non linéaire jusqu'à la saturation, signifiant que la prise de masse augmente progressivement jusqu'à l'apparition d'un plateau d'équilibre appelé palier de saturation. Les valeurs du plateau à saturation M_{∞} dans liège 1 mm sont : 48.08 % et le liège 2 mm 126.58 %, par contre le composite PEHD/Liège présente un faible pourcentage d'absorption par rapport aux courbes de liège, tel que le point maximale de taux d'absorption de l'eau dans les courbes (PEHD/Liège 2 mm) et (PEHD/Liège 1 mm) sont 8.7175 % et 1.1916 %. On observe dans la figure IV.2 que l'absorption d'eau est directement proportionnelle à l'augmentation de l'épaisseur en liège, ainsi qu'au temps d'immersion.

Factor Coding: Actual

3D Surface

Taux d'absorption (%)

Design Points:

● Above Surface

○ Below Surface

0,6594  126,58

X1 = a

X2 = B

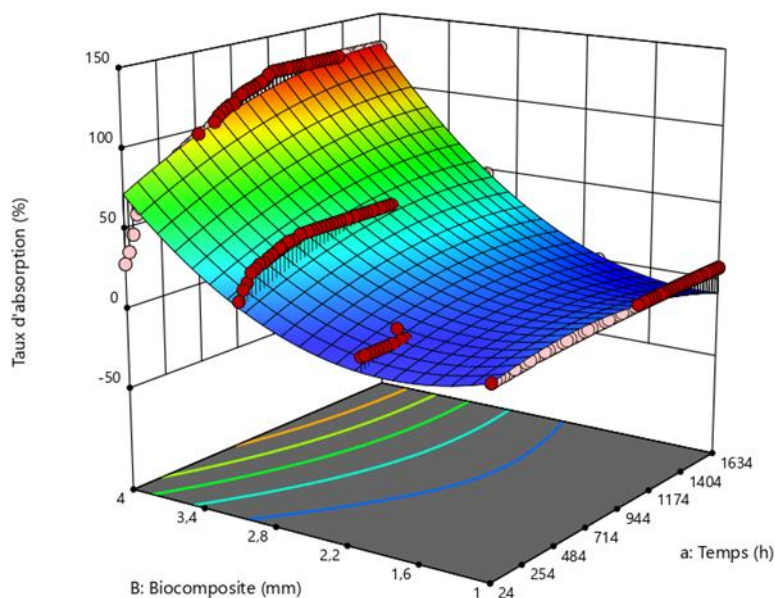


Figure IV.3 : Surface de réponse 3D de l'absorption d'eau par les différents composites.

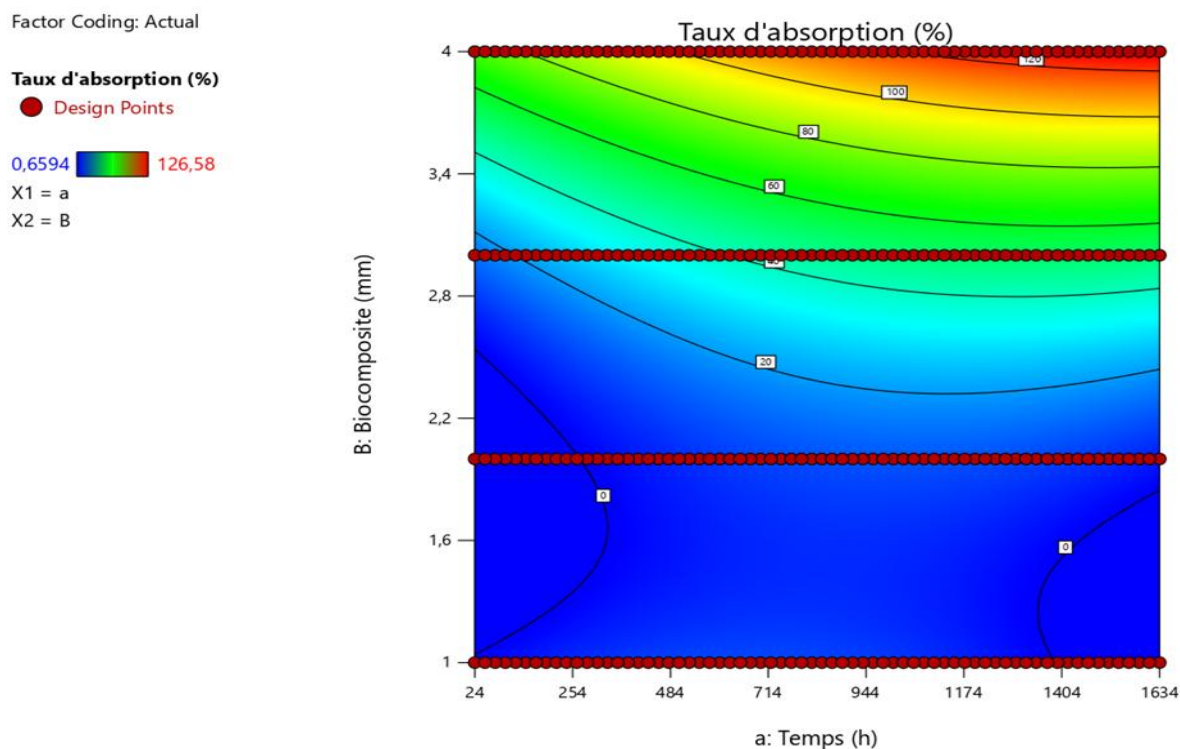


Figure IV.4: Surface de réponse 2D de l'absorption d'eau par les différents composites.

Les interactions des effets de combinaison entre les facteurs d'entrées et les variables de réponse peuvent également être étudiées à l'aide d'autres représentations graphiques tels que les tracés 3D et les tracés de contour de surface.

Ces graphiques de surface ont été produits en modifiant les deux variables dans la plage du test expérimental à l'aide du modèle. Une influence interactive de la teneur en liège et du temps d'immersion a été illustrée. Il a été constaté qu'avec l'augmentation de l'épaisseur de liège et du temps d'immersion, l'absorption d'eau augmente jusqu'à saturation à un temps d'immersion déterminé (1334 ; PEHD/Liège 2mm), (720 ; PEHD/Liège 1mm), (480 ; liège 1mm) et (912 ; liège 2 mm).

L'absorption la plus faible a été obtenue pour le biocomposite PEHD/liège 1mm.

Factor Coding: Actual

Taux d'absorption (%)

- Design Points
- - -95% CI Bands

X1 = a

X2 = B

- B- 1
- ▲ B+ 4

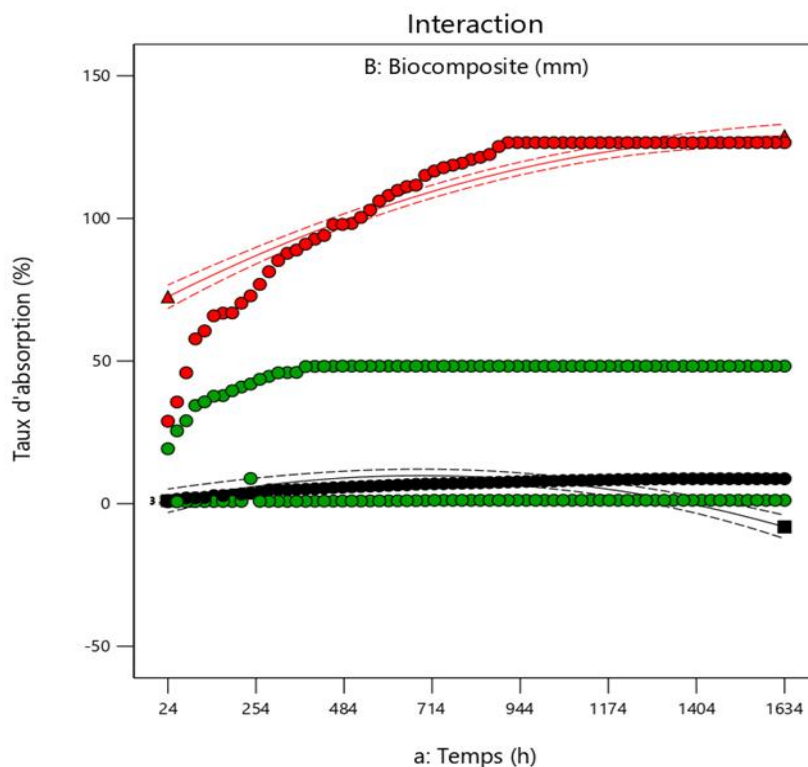


Figure IV.5 : L'influence interactive de la teneur en liège et du temps d'immersion sur l'absorption d'eau.

Factor Coding: Actual

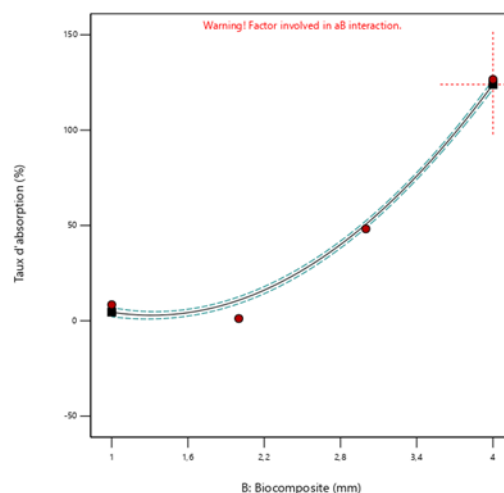
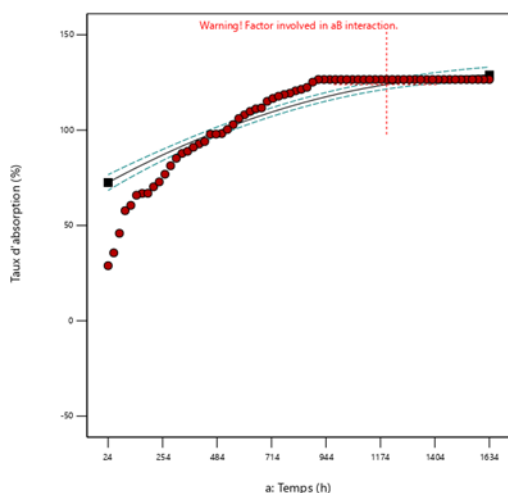
Taux d'absorption (%)

- Design Points
- - -95% CI Bands

Actual Factors

a = 1200

B = 4



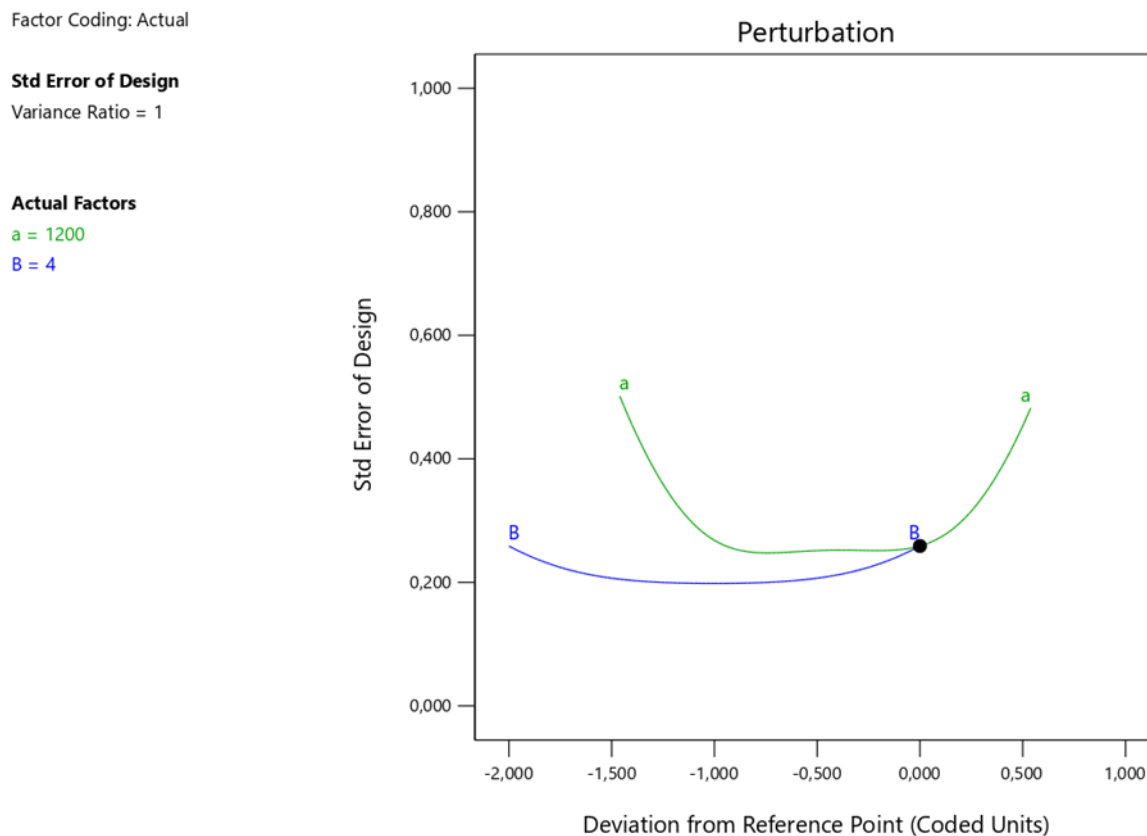


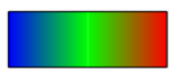
Figure IV.6 : a.b.c : Le tracé de probabilité normale et le tracé réel par rapport aux tracés prédits pour les valeurs d'absorption d'eau.

La figure. IV.5 représente le tracé de probabilité normale et le tracé réel par rapport aux tracés prédits pour les valeurs d'absorption d'eau, pour tester les hypothèses de normalité. On observe que les résidus tombent le long d'une ligne assez droite, indiquant l'erreur normalement dispersée en fonction du temps d'immersion, prouvant ainsi la signification des termes rapportés par les modèles développés. En plus de l'ANOVA, le tracé de probabilité normale et le tracé réel par rapport aux tracés prédits pour les valeurs d'absorption d'eau sont également illustrés aux Fig.IV.6 a et b pour tester les hypothèses de normalité.

Taux d'absorption

Color points by value of
Taux d'absorption

0,6594



126,58

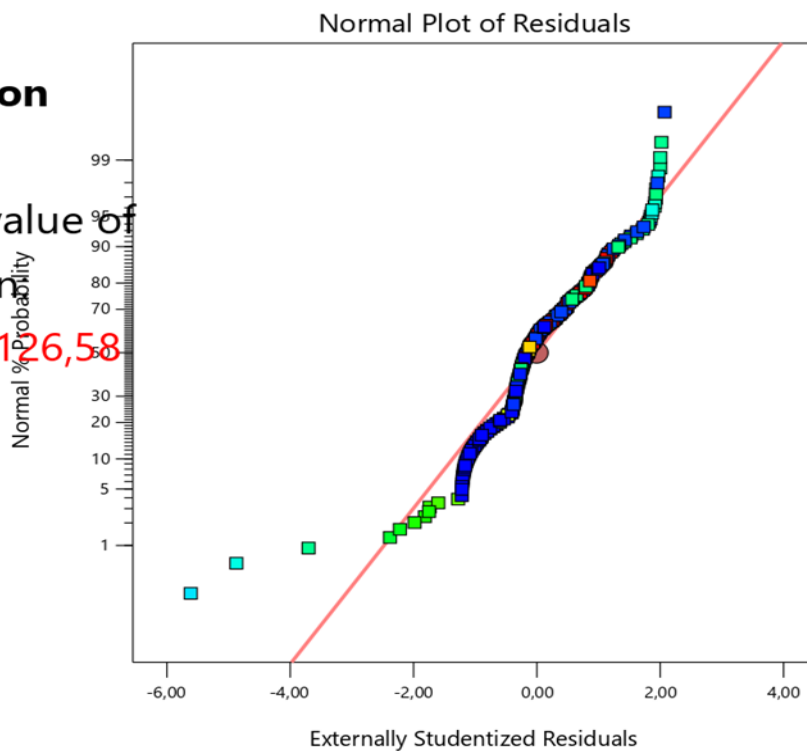


Figure IV.7 : Le tracé normal des résidus.

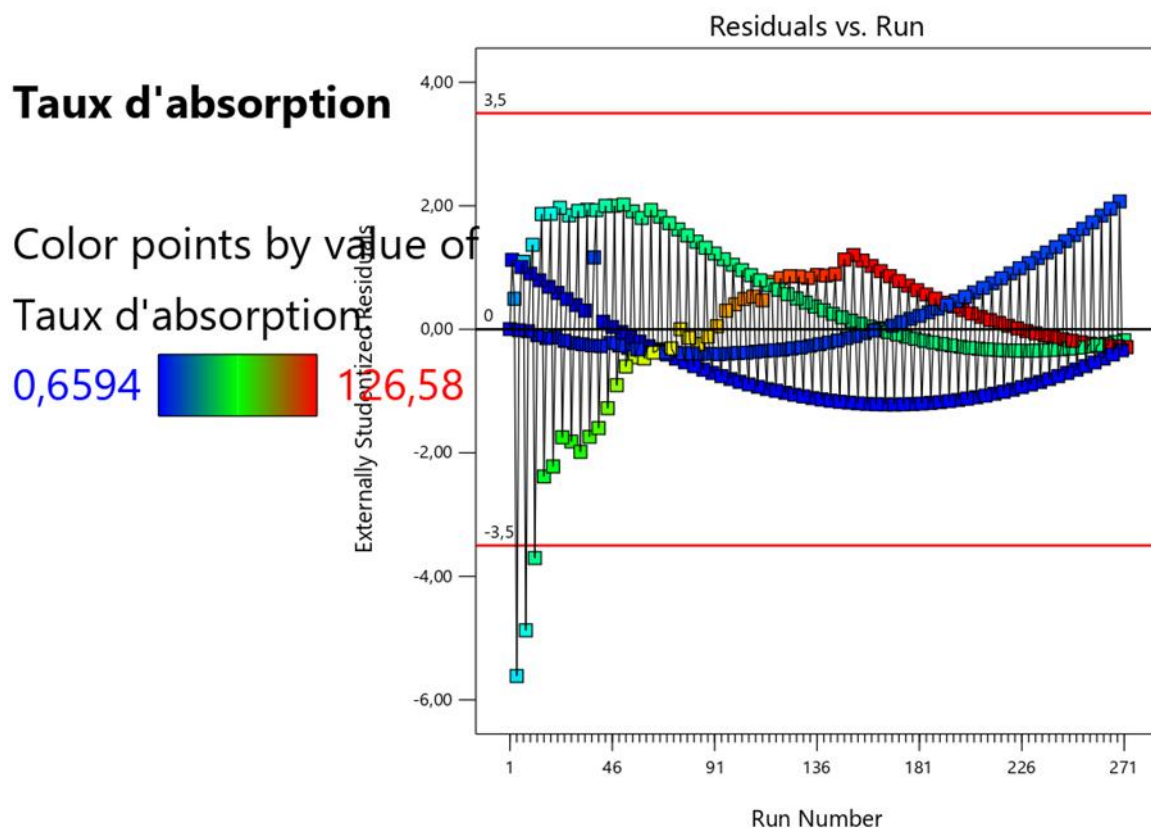


Figure IV.8 : Résidu étudiant en externe en fonction de nombre de diffusion.

Tableau IV.3 : REML (R Estricted Maximum Likelihood) analysis Kenward-Roger p-values

| Source | Term df | Erreur df | F-valeur | p-valeur | |
|------------------|---------|-----------|----------|----------|------------|
| Parcelle entière | 2 | 266 ,00 | 121,01 | < 0,0001 | Signifiant |
| a-temps | 1 | 266,00 | 181,61 | < 0,0001 | |
| a ² | 1 | 266,00 | 60,33 | < 0,0001 | |
| Subplot | 3 | 266,00 | 2330,27 | < 0,0001 | signifiant |
| B-Biocomposite | 1 | 266,00 | 5731,89 | < 0,0001 | |
| Ab | 1 | 266,00 | 194,44 | < 0,0001 | |
| B | 1 | 266,00 | 1067,37 | < 0,0001 | |

Les valeurs P inférieures à 0,0500 indiquent que les termes du modèle sont significatifs. Dans ce cas : a, B, a², B² sont des termes significatifs du modèle. Les valeurs supérieures à

0,1000 indiquent que les termes du modèle ne sont pas significatifs. S'il existe de nombreux termes de modèle non significatifs (sans compter ceux qui sont nécessaires pour soutenir la hiérarchie), la réduction du modèle peut améliorer le modèle.

Tableau IV.4 : Composants d'écart.

| Source | Variance | Standard Error | 95% CI Low | 95% CI High |
|----------|----------|----------------|------------|-------------|
| Block | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| Group | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| Residual | 71,69 | 6,22 | 60,91 | 85,62 |
| Total | 71,69 | | | |

Tableau IV.5 : Statistiques d'ajustement

| | | | |
|-----------|-------|-------------------------|--------|
| Std. Dev. | 8,47 | R ² | 0,9645 |
| Mean | 40,34 | Adjusted R ² | 0,9634 |
| C.V.% | 20,99 | | |

Tableau IV.6 : Coefficients en termes de facteurs codés

| Source | Coefficient Estimate | Standard Error | VIF |
|-------------------------|----------------------|----------------|--------|
| Intercept | 23,84 | 1,00 | |
| Whole-plot terms | | | |
| a-temps | 11,81 | 0,8764 | 1,00 |
| a² | -12,98 | 1,67 | 1,00 |
| Subplot | | | |
| B-biocomposite | 52,15 | 0,6888 | 1,00 |
| AB | 16,40 | 1,18 | 1,00 |
| B² | 37,74 | 1,16 | 1,0000 |

Équation finale en termes de facteurs codés (équation):

$$\begin{aligned} \textit{Taux d'absorption} &= +23.84 + 11.81 a + 52.15 B \\ &+ 16.40 aB - 12.98 a^2 + 37.74B^2 \end{aligned}$$

L'équation en termes de facteurs codés peut être utilisée pour faire des prédictions sur la réponse pour des niveaux donnés de chaque facteur. Par défaut, les niveaux hauts des facteurs sont codés +1 et les niveaux bas sont codés-1. L'équation codée est utile pour identifier l'impact relatif des facteurs en comparant les coefficients des facteurs.

Équation finale en termes de facteurs réels (équation):

Taux d'absorption

$$\begin{aligned} &= +43.96288 + 0.013947 \times \textit{Temps} - 60.35314 \times \textit{Biocomposite} \\ &+ 0.013578 \times \textit{Temps} \times \textit{Biocomposite} - 0.000020 \times \textit{Temps}^2 \\ &+ 16.77220 \times \textit{Biocomposite}^2 \end{aligned}$$

L'équation en termes de facteurs réels peut être utilisée pour faire des prédictions sur la réponse pour des niveaux donnés de chaque facteur. Ici, les niveaux doivent être spécifiés dans les unités d'origine pour chaque facteur. Cette équation ne doit pas être utilisée pour déterminer l'impact relatif de chaque facteur car les coefficients sont mis à l'échelle pour s'adapter aux unités de chaque facteur et l'ordonnée à l'origine n'est pas au centre de l'espace de conception.

IV.5. Optimisation par RSM

La RSM a été utilisée pour optimiser le processus d'absorption d'eau. L'objectif était d'évaluer la capacité d'absorption la plus élevée compte tenu des exigences expérimentales. La fonction de désirabilité pour le meilleur modèle prédictif du processus d'optimisation a été utilisée à cette fin (Figure IV.10 et IV.11).

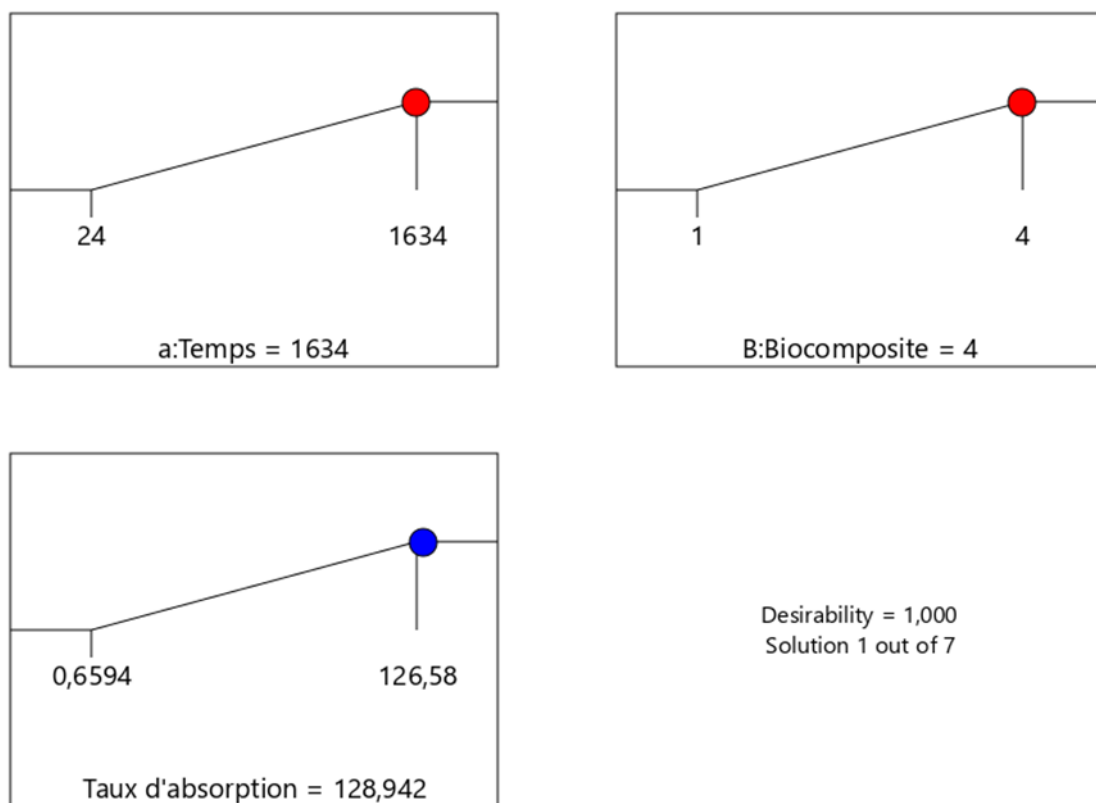


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..9 : Taux d'absorption maximale.

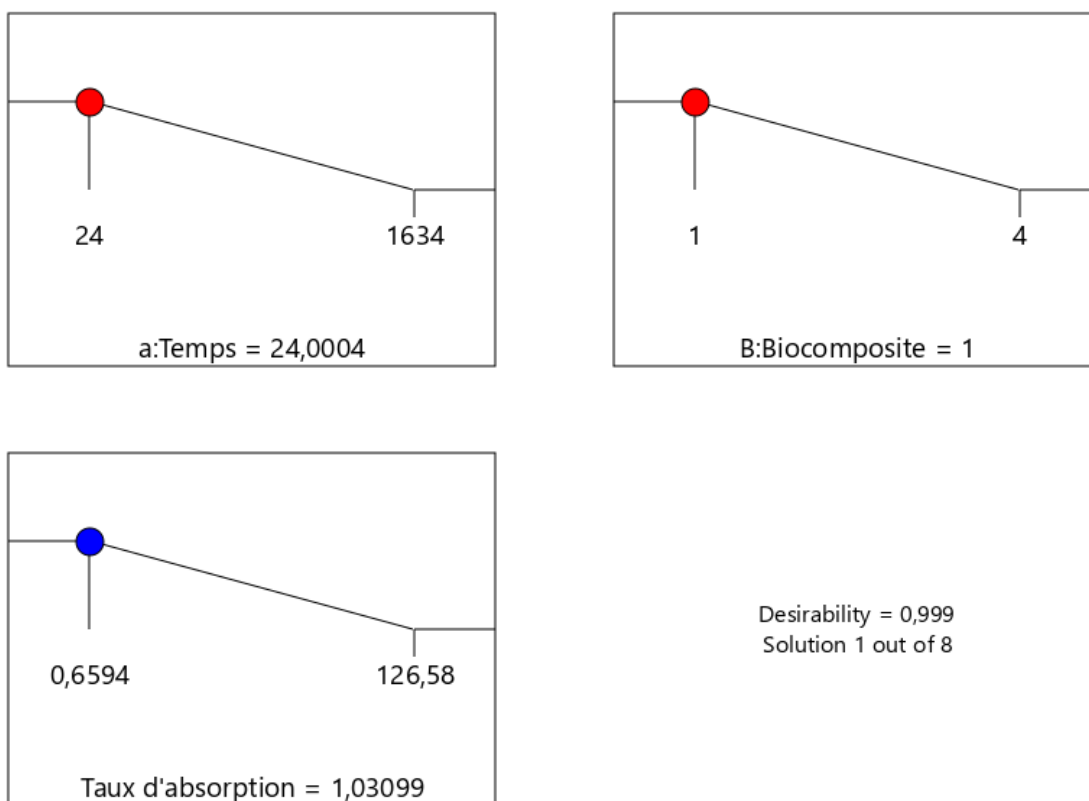


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..10 : Taux d'absorption minimale.

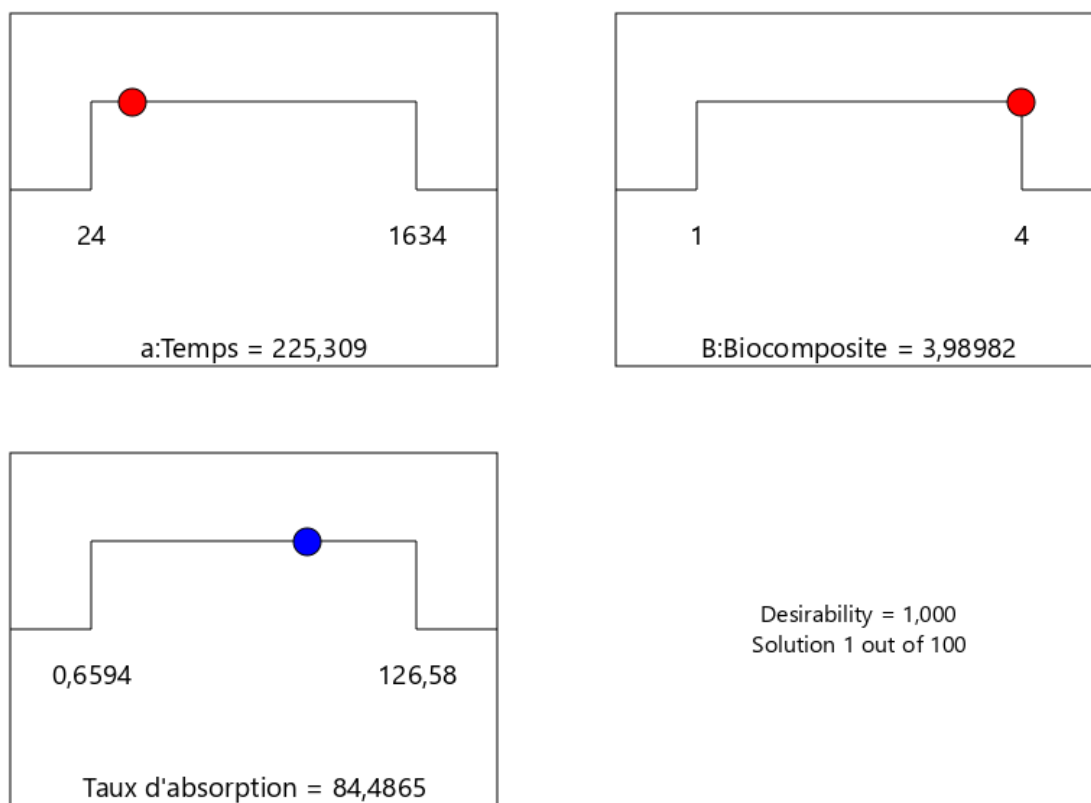


Figure IV.11 : Optimisation par RSM pour évaluer la capacité optimale d’absorption de l’eau.

Tableau IV.7 : 100 Solutions trouvées.

| Number | Temps | Biocomposite | Taux d’absorption | Desirability | |
|--------|----------|--------------|-------------------|--------------|----------|
| 1 | 1339,760 | 3,312 | 70,996 | 1,000 | selected |
| 2 | 576,000 | 3,000 | 38,702 | 1,000 | selected |
| 3 | 384,000 | 3,000 | 31,896 | 1,000 | selected |

Tableau IV.8 : Optimisation de la réponse basée sur RSM

| Nom | But | Limite inférieure | Limite supérieure | Poids inférieur | Poids supérieur | |
|-------------------|--------------|-------------------|-------------------|-----------------|-----------------|--------------|
| a : Temps | est à portée | 24 | 1634 | 1 | 1 | sélectionnée |
| b : biocomposite | est à portée | 1 | 4 | 1 | 1 | sélectionnée |
| Taux d’absorption | Aucune | 0,6594 | 126,58 | 1 | 1 | sélectionnée |

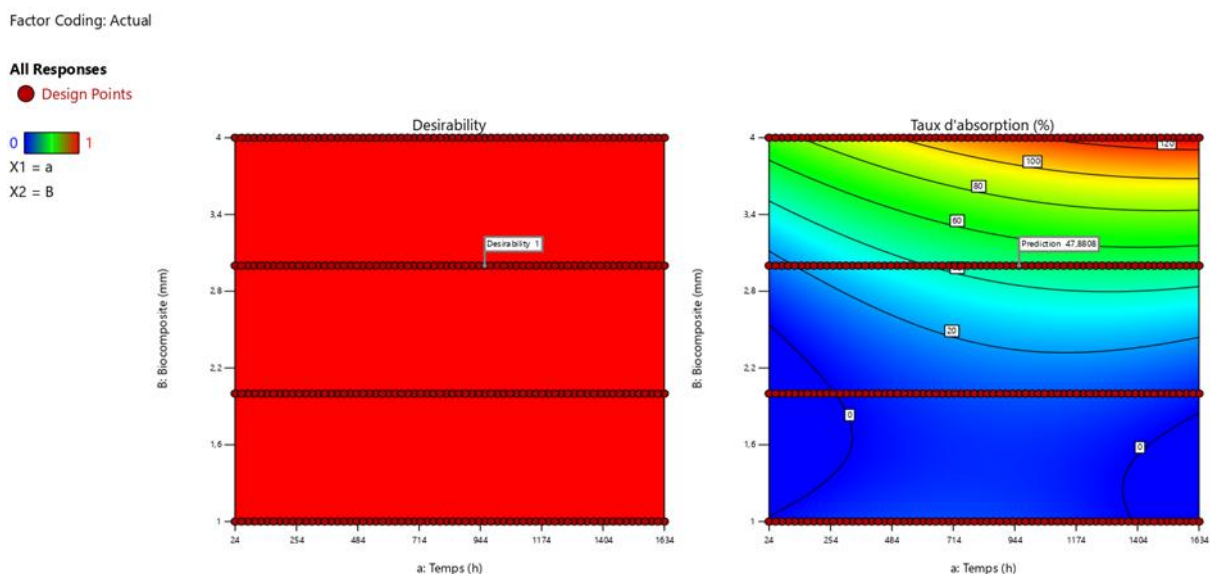


Figure IV.12 : La valeur optimale a été obtenue pour évaluer l'absorption d'eau

Tableau IV.9 : Optimisation de la réponse basée sur RSM.

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|--------|---------------------|------------------------|--------------------------------------|
| 1 | 24 | 1 | 1,0758 |
| 2 | 24 | 2 | 0,6594 |
| 3 | 24 | 3 | 19,27 |
| 4 | 24 | 4 | 28,9088 |
| 5 | 48 | 1 | 1,5422 |
| 6 | 48 | 2 | 0,6661 |
| 7 | 48 | 3 | 25,5315 |
| 8 | 48 | 4 | 35,6552 |
| 9 | 72 | 1 | 2,0143 |
| 10 | 72 | 2 | 0,7224 |
| 11 | 72 | 3 | 29,0859 |
| 12 | 72 | 4 | 45,8996 |
| 13 | 96 | 1 | 2,0674 |
| 14 | 96 | 2 | 0,746 |
| 15 | 96 | 3 | 34,4289 |
| 16 | 96 | 4 | 57,7638 |
| 17 | 120 | 1 | 2,2198 |
| 18 | 120 | 2 | 0,7528 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 19 | 120 | 3 | 35,7045 |
| 20 | 120 | 4 | 60,5698 |
| 21 | 144 | 1 | 2,8293 |
| 22 | 144 | 2 | 0,7933 |
| 23 | 144 | 3 | 37,7041 |
| 24 | 144 | 4 | 65,8832 |
| 25 | 168 | 1 | 2,8928 |
| 26 | 168 | 2 | 0,8012 |
| 27 | 168 | 3 | 37,8761 |
| 28 | 168 | 4 | 66,7984 |
| 29 | 192 | 1 | 3,0809 |
| 30 | 192 | 2 | 0,8113 |
| 31 | 192 | 3 | 39,6111 |
| 32 | 192 | 4 | 66,8801 |
| 33 | 216 | 1 | 3,381 |
| 34 | 216 | 2 | 0,8316 |
| 35 | 216 | 3 | 40,8852 |
| 36 | 216 | 4 | 70,2877 |
| 37 | 240 | 1 | 3,6442 |
| 38 | 240 | 2 | 8,8372 |
| 39 | 240 | 3 | 41,9466 |
| 40 | 240 | 4 | 72,8488 |
| 41 | 264 | 1 | 3,9836 |
| 42 | 264 | 2 | 0,8428 |
| 43 | 264 | 3 | 43,6102 |
| 44 | 264 | 4 | 76,8859 |
| 45 | 288 | 1 | 4,8078 |
| 46 | 288 | 2 | 0,8462 |
| 47 | 288 | 3 | 44,6587 |
| 48 | 288 | 4 | 81,3527 |
| 49 | 312 | 1 | 4,8124 |
| 50 | 312 | 2 | 0,8484 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 51 | 312 | 3 | 45,8565 |
| 52 | 312 | 4 | 85,2244 |
| 53 | 336 | 1 | 4,8424 |
| 54 | 336 | 2 | 0,8563 |
| 55 | 336 | 3 | 45,9425 |
| 56 | 336 | 4 | 87,8027 |
| 57 | 360 | 1 | 4,9833 |
| 58 | 360 | 2 | 0,8653 |
| 59 | 360 | 3 | 46,0496 |
| 60 | 360 | 4 | 88,9393 |
| 61 | 384 | 1 | 5,1079 |
| 62 | 384 | 2 | 0,8687 |
| 63 | 384 | 3 | 48,08 |
| 64 | 384 | 4 | 91,0169 |
| 65 | 408 | 1 | 5,2615 |
| 66 | 408 | 2 | 0,9114 |
| 67 | 408 | 3 | 48,1254 |
| 68 | 408 | 4 | 92,7336 |
| 69 | 432 | 1 | 5,4046 |
| 70 | 432 | 2 | 0,9193 |
| 71 | 432 | 3 | 48,1563 |
| 72 | 432 | 4 | 94,0528 |
| 73 | 456 | 1 | 5,6205 |
| 74 | 456 | 2 | 0,9317 |
| 75 | 456 | 3 | 48,2033 |
| 76 | 456 | 4 | 97,8794 |
| 77 | 480 | 1 | 5,7243 |
| 78 | 480 | 2 | 0,9621 |
| 79 | 480 | 3 | 48,2472 |
| 80 | 480 | 4 | 97,9116 |
| 81 | 504 | 1 | 5,9033 |
| 82 | 504 | 2 | 0,9621 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 83 | 504 | 3 | 48,2472 |
| 84 | 504 | 4 | 98,2274 |
| 85 | 528 | 1 | 6,0037 |
| 86 | 528 | 2 | 0,9621 |
| 87 | 528 | 3 | 48,2472 |
| 88 | 528 | 4 | 100,37 |
| 89 | 552 | 1 | 6,15996 |
| 90 | 552 | 2 | 0,9835 |
| 91 | 552 | 3 | 48,2472 |
| 92 | 552 | 4 | 102,907 |
| 93 | 576 | 1 | 6,2196 |
| 94 | 576 | 2 | 0,9992 |
| 95 | 576 | 3 | 48,2472 |
| 96 | 576 | 4 | 106,106 |
| 97 | 600 | 1 | 6,3823 |
| 98 | 600 | 2 | 1,0172 |
| 99 | 600 | 3 | 48,2472 |
| 100 | 600 | 4 | 108,049 |
| 101 | 624 | 1 | 6,5347 |
| 102 | 624 | 2 | 1,0397 |
| 103 | 624 | 3 | 48,2472 |
| 104 | 624 | 4 | 109,838 |
| 105 | 648 | 1 | 6,627 |
| 106 | 648 | 2 | 1,0589 |
| 107 | 648 | 3 | 48,2472 |
| 108 | 648 | 4 | 111,185 |
| 109 | 672 | 1 | 6,7997 |
| 110 | 672 | 2 | 1,0892 |
| 111 | 672 | 3 | 48,2472 |
| 112 | 672 | 4 | 111,682 |
| 113 | 696 | 1 | 6,9052 |
| 114 | 696 | 2 | 1,1129 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 115 | 696 | 3 | 48,2472 |
| 116 | 696 | 4 | 115,132 |
| 117 | 720 | 1 | 6,9653 |
| 118 | 720 | 2 | 1,1916 |
| 119 | 720 | 3 | 48,2472 |
| 120 | 720 | 4 | 116,63 |
| 121 | 744 | 1 | 7,016 |
| 122 | 744 | 2 | 1,1916 |
| 123 | 744 | 3 | 48,2472 |
| 124 | 744 | 4 | 117,809 |
| 125 | 768 | 1 | 7,1049 |
| 126 | 768 | 2 | 1,1916 |
| 127 | 768 | 3 | 48,2472 |
| 128 | 768 | 4 | 118,69 |
| 129 | 792 | 1 | 7,1592 |
| 130 | 792 | 2 | 1,1916 |
| 131 | 792 | 3 | 48,2472 |
| 132 | 792 | 4 | 119,374 |
| 133 | 816 | 1 | 7,2654 |
| 134 | 816 | 2 | 1,1916 |
| 135 | 816 | 3 | 48,2472 |
| 136 | 816 | 4 | 120,65 |
| 137 | 840 | 1 | 7,3381 |
| 138 | 840 | 2 | 1,1916 |
| 139 | 840 | 3 | 48,2472 |
| 140 | 840 | 4 | 121,417 |
| 141 | 864 | 1 | 7,412 |
| 142 | 864 | 2 | 1,1916 |
| 143 | 864 | 3 | 48,2472 |
| 144 | 864 | 4 | 122,442 |
| 145 | 888 | 1 | 7,5032 |
| 146 | 888 | 2 | 1,1916 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 147 | 888 | 3 | 48,2472 |
| 148 | 888 | 4 | 125,2 |
| 149 | 912 | 1 | 7,6278 |
| 150 | 912 | 2 | 1,1916 |
| 151 | 912 | 3 | 48,2472 |
| 152 | 912 | 4 | 126,58 |
| 153 | 936 | 1 | 7,6833 |
| 154 | 936 | 2 | 1,1916 |
| 155 | 936 | 3 | 48,2472 |
| 156 | 936 | 4 | 126,58 |
| 157 | 960 | 1 | 7,8414 |
| 158 | 960 | 2 | 1,1916 |
| 159 | 960 | 3 | 48,2472 |
| 160 | 960 | 4 | 126,58 |
| 161 | 984 | 1 | 7,9049 |
| 162 | 984 | 2 | 1,1916 |
| 163 | 984 | 3 | 48,2472 |
| 164 | 984 | 4 | 126,58 |
| 165 | 1008 | 1 | 7,9407 |
| 166 | 1008 | 2 | 1,1916 |
| 167 | 1008 | 3 | 48,2472 |
| 168 | 1008 | 4 | 126,58 |
| 169 | 1032 | 1 | 7,9511 |
| 170 | 1032 | 2 | 1,1916 |
| 171 | 1032 | 3 | 48,2472 |
| 172 | 1032 | 4 | 126,58 |
| 173 | 1056 | 1 | 8,0815 |
| 174 | 1056 | 2 | 1,1916 |
| 175 | 1056 | 3 | 48,2472 |
| 176 | 1056 | 4 | 126,58 |
| 177 | 1080 | 1 | 8,1669 |
| 178 | 1080 | 2 | 1,1916 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 179 | 1080 | 3 | 48,2472 |
| 180 | 1080 | 4 | 126,58 |
| 181 | 1104 | 1 | 8,1877 |
| 182 | 1104 | 2 | 1,1916 |
| 183 | 1104 | 3 | 48,2472 |
| 184 | 1104 | 4 | 126,58 |
| 185 | 1128 | 1 | 8,2443 |
| 186 | 1128 | 2 | 1,1916 |
| 187 | 1128 | 3 | 48,2472 |
| 188 | 1128 | 4 | 126,58 |
| 189 | 1152 | 1 | 8,3274 |
| 190 | 1152 | 2 | 1,1916 |
| 191 | 1152 | 3 | 48,2475 |
| 192 | 1152 | 4 | 126,58 |
| 193 | 1176 | 1 | 8,3608 |
| 194 | 1176 | 2 | 1,1916 |
| 195 | 1176 | 3 | 48,2472 |
| 196 | 1176 | 4 | 126,58 |
| 197 | 1200 | 1 | 8,4255 |
| 198 | 1200 | 2 | 1,1916 |
| 199 | 1200 | 3 | 48,2472 |
| 200 | 1200 | 4 | 126,58 |
| 201 | 1224 | 1 | 8,4901 |
| 202 | 1224 | 2 | 1,1916 |
| 203 | 1224 | 3 | 48,2472 |
| 204 | 1224 | 4 | 126,58 |
| 205 | 1248 | 1 | 8,5398 |
| 206 | 1248 | 2 | 1,1916 |
| 207 | 1248 | 3 | 48,2472 |
| 208 | 1248 | 4 | 126,58 |
| 209 | 1272 | 1 | 8,609 |
| 210 | 1272 | 2 | 1,1916 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 211 | 1272 | 3 | 48,2472 |
| 212 | 1272 | 4 | 126,58 |
| 213 | 1296 | 1 | 8,654 |
| 214 | 1296 | 2 | 1,1916 |
| 215 | 1296 | 3 | 48,2472 |
| 216 | 1296 | 4 | 126,58 |
| 217 | 1320 | 1 | 8,7175 |
| 218 | 1320 | 2 | 1,1916 |
| 219 | 1320 | 3 | 48,2472 |
| 220 | 1320 | 4 | 126,58 |
| 221 | 1344 | 1 | 8,7475 |
| 222 | 1344 | 2 | 1,1916 |
| 223 | 1344 | 3 | 48,2472 |
| 224 | 1344 | 4 | 126,58 |
| 225 | 1370 | 1 | 8,7475 |
| 226 | 1370 | 2 | 1,1916 |
| 227 | 1370 | 3 | 48,2472 |
| 228 | 1370 | 4 | 126,58 |
| 229 | 1394 | 1 | 8,7475 |
| 230 | 1394 | 2 | 1,1916 |
| 231 | 1394 | 3 | 48,2472 |
| 232 | 1394 | 4 | 126,58 |
| 233 | 1418 | 1 | 8,7475 |
| 234 | 1418 | 2 | 1,1916 |
| 235 | 1418 | 3 | 48,2472 |
| 236 | 1418 | 4 | 126,58 |
| 237 | 1442 | 1 | 8,7475 |
| 238 | 1442 | 2 | 1,1916 |
| 239 | 1442 | 3 | 48,2472 |
| 240 | 1442 | 4 | 126,58 |
| 241 | 1466 | 1 | 8,7475 |
| 242 | 1466 | 2 | 1,1916 |

| Nombre | Facteur 1 Temps (h) | Facteur 2 Biocomposite | Réponse Taux d'humidité absorbée (%) |
|---------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|
| 243 | 1466 | 3 | 48,2472 |
| 244 | 1466 | 4 | 126,58 |
| 245 | 1490 | 1 | 8,7475 |
| 246 | 1490 | 2 | 1,1916 |
| 247 | 1490 | 3 | 48,2472 |
| 248 | 1490 | 4 | 126,58 |
| 249 | 1514 | 1 | 8,7475 |
| 250 | 1514 | 2 | 1,1916 |
| 251 | 1514 | 3 | 48,2472 |
| 252 | 1514 | 4 | 126,58 |
| 253 | 1538 | 1 | 8,7475 |
| 254 | 1538 | 2 | 1,1916 |
| 255 | 1538 | 3 | 48,2472 |
| 256 | 1538 | 4 | 126,58 |
| 257 | 1562 | 1 | 8,7475 |
| 258 | 1562 | 2 | 1,1916 |
| 259 | 1562 | 3 | 48,2472 |
| 260 | 1562 | 4 | 126,58 |
| 261 | 1586 | 1 | 8,7475 |
| 262 | 1586 | 2 | 1,1916 |
| 263 | 1586 | 3 | 48,2472 |
| 264 | 1586 | 4 | 126,58 |
| 265 | 1610 | 1 | 8,7475 |
| 266 | 1610 | 2 | 1,1916 |
| 267 | 1610 | 3 | 48,2472 |
| 268 | 1610 | 4 | 126,58 |
| 269 | 1634 | 1 | 8,7475 |
| 270 | 1634 | 2 | 1,1916 |
| 271 | 1634 | 3 | 48,2472 |
| 272 | 1634 | 4 | 126,58 |

IV.6. Conclusion

En raison de la nature super-hydrophile du liège, l'utilisation des composites à renfort végétal dans des structures extérieures nécessite de connaître leur comportement dans un milieu humide.

L'objectif de ce travail était de mieux comprendre le phénomène d'absorption de l'humidité au sein des biocomposite : PEHD/Liège et d'évaluer l'effet de l'épaisseur en liège sur la cinétique d'absorption d'eau. Les expériences ont été réalisées en utilisant la méthode CCD de RSM. Dans cette étude, la modélisation et l'optimisation du taux l'absorption ont été détaillées.

Il a été constaté que l'absorption d'eau est directement proportionnelle à l'augmentation de l'épaisseur en liège, ainsi qu'au temps d'immersion.

Conclusion générale

Dans cette étude, l'effet de l'hybridation sur la cinétique de diffusion et sur les propriétés mécaniques en traction d'un composite à fibres de liège a été évalué. Les résultats expérimentaux nous conduisent à tirer les conclusions suivantes :

- L'hybridation des de liège à une résine époxyde a favorisé l'absorption l'humidité du composite renforcé de liège,
- l'absorption d'eau est directement proportionnelle à l'augmentation de l'épaisseur en liège, ainsi qu'au temps d'immersion,
- La capacité Hydrophile de liège entraîne également une augmentation des propriétés mécaniques des matériaux composites surtout la résistance au choc,
- Le phénomène d'absorption de l'eau est généralement étudié selon le domaine d'application du composite. Il est indésirable pour certaines applications (revêtement par exemple) et appréciable pour d'autres (membrane de filtration des eaux).

Références bibliographies

- [1] L. Dris, Évaluation simultanée des vitesses de propagation et d'atténuation des ultrasons dans des matériaux composites et polymériques (Doctoral dissertation, Boumerdes, Université M'hamed Bougara. Faculté des sciences de l'ingénieur), (2007).
- [2] G. G. Odian, & Franta, E. La polymérisation: principes et applications. Polytechnica. (1994).
- [3] L. ZAIDI, Etude de la dégradation thermique de polymères soudables: Cas des réseaux de distribution de gaz naturel, université BADJI MOKHTAR – ANNABA, en vue diplôme magister, (2011), p: 4.
- [4] L. Allinger, P.Cava, R .Johson, C.Dejongh, A.Lebel et L.Stevens. -chimie organique- Volume 3, Edition Mc Graw-Hill, Paris, P 693(1983).
- [5] R.P. Jean et P. Scharff ; chimie industrielle -2-édition ; dunod, paris (2002)
- [6] L. Djoudi, étude de la stabilisation du polychlorure de vinyle(P.V.C) et les phénomènes de dégradation- mémoire de magister ; département de chimie .U.M.K. Biskra, (2007).
- [7] Hachani. S. E, Synthèse et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polystyrène, en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat, Université Mohamed khider biskra, (13/11/2017), page : 8.
- [8] Fontanille. M et Gnanou. Y, chimie et physico-2-et -3-cycles. Écoles d'ingénieurs, dunod, paris, (2002).
- [9]Kausch, H. H., Heymans, N., Plummer, C. J., & Decroly, P. (2001). Matériaux polymères: propriétés mécaniques et physiques (Vol. 14). PPUR presses polytechniques.
- [10] Bolland J.L.B. et Gee G., « Kinetic Studies in the Chemistry of Rubber ABD Related.
- [11] DorlotT. J, Massounave. J et al, "des matériaux", édition de l'école polytechnique des matériaux, Juillet, (1995).
- [12] Martin. J et al, " traité des matériaux ", Tome 14, (2001).

- [13] SAHRI. S, étude du comportement mécanique d'un matériau composite thermoplastique (pp)/ verre : effet de différents milieux, université MOULOUD MAMMARI de TIZI-OUZOU, en vue diplôme magister, (2012), p: 7 – 8.
- [14] Abdoulaye. S, Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage, L'institut National Polytechnique de Toulouse, thèse doctorat, (2008), p: 15.
- [15] Boudet. A, « voyage au cœur de la matière plastique- les microstructures des polymères» CNRS Editions décembre ISBN: 2271061601, 2003.
- [16] REACH for Polymères, meilleures méthodes d'essai et techniques disponibles ©2011, smithers Rapra
- [17] Maxime. B, Fatigue thermomécanique de multicouches polymères/composites, Sciences de l'ingénieur [physics], ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2011, Français.
- [18] Soo-Jin Park, Fan-Long Jin, Changjin Lee, Preparation and physical properties of hollow glass microspheres-reinforced epoxy matrix resins, Materials Science and Engineering A 402 (2005) 335–340
- [19] Jean-Marie Berthelot, matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures, 4^e édition, Lavoisier, 2005.
- [20] HAMI. B, Elaboration et caractérisation physico-mécanique d'une structure sandwich multicouches, En vue de l'obtention du diplôme de DOCTORAT, Université M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES, (2018), page : 22-23.
- [21] BENAÏSSA. M, comportement des matériaux composites aux chocs, université ABDELHAMID IBN BADIS de Mostaganem, en vue magister, (2010), p: 10.
- [22] Daniel. A : « Polychlorure de vinyle ». Techniques de l'ingénieur A 3325.
- [23] Mohamed A. Z, Développement de nouveaux matériaux nano composites (inorganique/organique) par différentes méthodes: Conception, Synthèse, Caractérisation et Application, Université EL-HADJ LAKHDER - BATNA, thèse doctorat, (2014), p: 8

Références bibliographiques

- [24] Abdeldjalil. B, analyse tribologique et thermique d'un matériau composite carbone-carbone dans un contact électrique, université MENTOURI CONSTANTINE, en vue diplôme magister, (2010), p: 3, (2010).
- [25] Meradji. A, Étude en traction d'armature habillée par matériaux composites et scellée dans le béton, l'Université de Guelma, en vue diplôme Magister, (2011), p:19.
- [26] Djebloun. Y, Etude de la rupture en mode i d'ouverture des matériaux composites, Mémoire de magister, Université Mohamed khider Biskra 2014.
- [27] BOURAI. K, "Etude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en roto moulage," in Faculté des études supérieures: Université Laval, 2010.
- [28] Flourey. J, Carson. J, and Q. T. Pham, "Modeling Thermal Conductivity in Heterogeneous Media with finite Element Method," Food Bioprocess Technol, pp. 161-170, 2007.
- [29] JOESEPH. P. V, MATHEW. G, K. JOESEPH, GROENINCKX. G, THOMAS. S, Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites, Comp. Part A, (2003), p: 34-275-290.
- [30] MAKHLOUFI. A, étude de la diffusion dans une matrice polymère- argile, en utilisant une argile locale organe modifiée, université AMAR TELIDJI-LAGHOUAT, en vue diplôme magistère, (2014), p: 13.
- [31] Le Pluart. L, Nano composites montmorillonite/époxyde, Influence de la nature de la charge et de la matrice sur les propriétés mécaniques, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, (2002).
- [32] MOUMEN. A, contribution à l'étude de l'effet du traitement thermique sur les diverses propriétés d'un nano composite à matrice polypropylène, université Ferhat Abbas-Setif.1, en vue diplôme magister, (2014), p:15.
- [33]<http://www-ipst.u-strasbg.fr/cours/materiaux-composites/comp0.htm>
- [34] Gay. D, Matériaux composites, 5ième édition Ed, 2005.
- [35] BERBAIN.F and. CHEVALIER A, "Mise en œuvre des composites," Techniques de l'Ingénieur, vol. A 3 720

Références bibliographiques

- [36] JACQUINET. P, "Moulage par compression des SMC polyesters et phénoliques," Techniques de l'Ingénieur, vol. A 3 727.
- [37] Berthelot. J.M., Matériaux composites: Comportement mécanique et analyse des structures, 1999.
- [38] Ludovic. D, Etude du comportement du polyéthylène haute densité sous irradiation ultraviolette ou sollicitation mécanique par spectroscopie de fluorescence, Université de La Rochelle, thèse de doctorat, 2010, Page 7-8.
- [39] EDJDOUB. N, Etude des mélanges et des composites à base du système PLA/ (PEBD-PEBD-L): Caractérisations morphologique et thermo-rhéologique et Etude de la biodégradation, Université Ferhat ABBAS Sétif-1-, Thèse de doctorat, 2017, page 8-9.
- [40] Lasagabaster, A., Abad M. J., Barral L., Ares A. FTIR study on the nature of water sorbed in polypropylene (PP)/ethylene alcohol vinyl (EVOH) films. European Polymer Journal, (2006), Vol. 42, 3121–3132.
- [41] MAOU. S, Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation, UNIVERSITE KASDI MERBAH- OUARGLA, diplôme de MAGISTER, 2012, page 26-27.
- [42] Douglas A. Skoog, F. James Holler, Timothy Nieman, Principles of Instrumental Analysis, New York, (1998), p. 905
- [43] BOUTERFA. M, Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique "effet du comptabilisant sur ce paramètre", UNIVERSITE FERHAT ABBAS SETIF, Diplôme de MAGISTER, 2011, page 18-19-20.
- [44] : POSTAIRE. E, « Les matières plastiques à usage pharmaceutique », Edition médicales internationales, Paris, (2000), pp: 145.
- [45] « Connaissance de polyéthylène », Documentation technique de la société ELF ATCHEM, octobre 1995.
- [46] M. I. d. F. Carrasquinho, "A qualidade da cortiça. Boletim do Instituto dos Productos Florestais-Cortiça", 583: 17-18, Lisboa.

Références bibliographies

- [47] Barberis. A, Dettori. S., Filigheddu M.R., “Management problems in Mediterranean cork oak forests”, post-fire recovery. *J Arid Environ*, pp: 565–569, (2003).
- [48] Gil. L, “Cortiça: produção, tecnologia e aplicação”, Lisbon, INETI, (1998).
- [49] Malloum. A, Analyse des mécanismes d’endommagement et du comportement vibratoire d’un composite à constituants naturels dans un environnement hydrique, UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE ECOLE DOCTORALE N° 602, Thèse de doctorat, 2019, page 10-11.
- [50] Mercier. J, "Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites," École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.
- [51] Allnatt. A. R. and Lidiard. A. B., Atomic transport in solids: Cambridge University Pr, 2003.
- [52] Amélie. P, Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l’interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy, L’ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE ET D’AÉROTECHNIQUE, THESE de doctorat, 2016, page 38-39.
- [53] Amélie. P, Fabienne. T, Laurence. C. A, David. M, Influence de l’eau sur les mécanismes d’endommagement d’un composite tissé chanvre/époxy : analyse quantitative par microtopographie X, In journées nationales sur les composite, 2017.
- [54] KARIM. B, Etude expérimentale et numérique du vieillissement hygrothermique d'un composite en poly propylène renforcé par des fibres courtes de chanvre, L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES, Doctoral dissertations, 2014.
- [55] Aline. S, Impact du vieillissement humide sur le comportement d'un composite à matrice organique tissé fabriqué par injection RTM: Mise en évidence d'un couplage entre absorption d'eau et thermo-oxydation de la matrice, ISAE-ENASMA Ecole Doctorale Supérieure de mécanique et D’aérotechnique-Poitiers, (Doctoral dissertations), 2014, page 27.
- [56] Coniglio. N, Nguyen. K, Kurji. R, Gamboa. E, Characterizing water sorption in 100% solids epoxy coatings, *Prog. Org. Coat.* 76 (2013) 1168–1177.

- [57] El Yagoubi. J, Lubineau. G, Saghir. S, Verdu. J, Askari. A, Thermomechanical and hydroelastic properties of an epoxy system under humid and cold-warm cycling conditions, *Polym. Degrad. Stab.* 99 (2014) 146–155.
- [58] Heman. M.-B, Contribution à l'étude des interphases et de leur comportement au vieillissement hygrothermique dans les systèmes à matrice thermodurcissable renforcés de fibres de verre, Thèse, Université du Sud Toulon-Var, 2008.
- [59] Verdu. J, Action de l'eau sur les plastiques, Ed. Techniques Ingénieur, 2000.
- [60] Lin. Y.C, Chen. X, «Moisture Sorption–desorption–resorption Characteristics and Its Effect on the Mechanical Behavior of the Epoxy System », *Polymer*, Vol. 46, No. 25, 11994–3, 2005.
- [61] Malajati. Y, Etude des mécanismes de photo vieillissement de revêtements organiques anticorrosion pour application comme peintures marines. Influence de l'eau, UNIVERSITE BLAISE PASCAL, Diplômé de Master Matériaux Polymères, 2009.
- [62] Weitsman. Y.J, « FluidEffects in Polymers and Polymeric Composites, Mechanical Engineering Series », Springer, New York, 2012. DOI 10.1007/978-1-4614-1059-1.
- [63] Azwa. Z.N, Yousif. B.F, Manalo. A.C, W. Karunasena, “A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres”, *Materials and Design*,47(2013),pp: 424–442.
- [64] Girault. R, Bert. F, Rihouey. C, Jauneau. A, Morvan. C, Jarvis. M, “Galactans and cellulose in flax fibres : putative contributions to tensilestrength”, *Int J Bio Macromol*, 21(1997), pp: 179–188.
- [65]Camino. G, Luda. M.P, A. Polishchuck, “Kinetic aspects of water sorption in polyester resin/glass fiber composites”, *Composites Science and Technology*, 57 (14) (1997), pp : 69–82.
- [66]Morii. T, Ikuta. N, K. Kiyosumi, H. Hamada, “Weight-change analysis of the interphase in hygrothermallyaged FRP: consideration of debonding”, *Composites Science and Technology*, 57 (9) (1997), pp: 85–90.

Références bibliographies

- [67] Albuquerque. A.C, J. Kuruvilla, “Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites”, *Composites Science and Technology*, 60 (8) (2000), pp : 33–44.
- [68] Zhang. D, Milanovic. N.R, Zhang. Y, “Effects of humidity conditions at fabrication on the interfacial shear strength of flax/unsaturated polyester composites”, *Composites Part B*, 60 (1) (2014), pp: 86–92.
- [69] Hanco V., Poilâne C., Chen J., In 17èmes Journées Nationales sur les Composites, Poitiers Futuroscope, France (2011).
- [70] Bezera, M. A Santelli. R. E Oliveira, E. P. Villar 1. S. & Escalera, L. A. (2008). Response Surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 76(5), 965-977.
- [71] Sun. Y., Liu, J., & Kennedy, J. F. Application of response surface methodology for optimization of polysaccharides production parameters from the roots of *Codonopsis pilosula* by a central composite design. *Carbohydrate Polymers*, 80 (3), 949-953, (2010).
- [72] LEPADATU. D, Optimisation des procédés de mise en forme par approche couplée plans d'expériences, éléments finis et surface de réponse, Université d'Angers, Thèse de doctorat, 2006.
- [73] Mustapha. R, Méthodologie des surfaces de réponse pour l'analyse en fiabilité des plates-formes pétrolières offshore fissurées, UNIVERSITÉ DE NANTES, THÈSE DE DOCTORAT, 2005.
- [74] Jacques Goupy. Tutoriel les plans d'expériences. N° 34, (2006), PP (75, 101).
- [75] Khaled. K, Optimisation de composants hyperfréquences par la technique des plans à surfaces de réponses, UNIVERSITE DE LIMOGE, THESE doctorat, 2011.
- [76] Dejaegher, B., et Vander Heyden. Y, Experimental design and their recent advances in set-up, data interpretation, and analytical applications. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 56(2), 141-158. (2011).

Références bibliographies

- [77] Vera Candiotti, L., De Zan, M. M., Cámara, M. S., &Goicoechea, H. C. Experimental design and multiple response optimization. Using the desirabilityfunction in analyticalmethodsdevelopment. Talanta, 124(0),123-138,(2014).
- [78] GOUPY. J, « Plan d'expériences pour surface de réponse », collection technique et ingénierie, Ed dunod, (1999).
- [79] Vivier. S, Stratégies d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis, Thèse de doctorat, Génie électrique, Ecole Centrale de Lille et Université des Sciences et Technologies de Lille, 2002 (n° 3151).
- [80] Goupy. J, Pratiquer les plans d'expériences, Dunod, Paris, (2005).
- [81] Benoist D., Tourbier Y. et al. Plans d'expériences : construction et analyse. 1994.
- [82] Schimmerling P., Sisson J.C. et al. Pratique des plans d'expériences. 1998.
- [83] C. Lalanne, S. Georges, C. Pallier, « Statistiques Appliquées à l'Expérimentation en Sciences Humaines », LENA CNRS, 2005.
- [84] NAOURI. L, AHMED. B, FARES, Ladaci, INFLUENCE DE L'ABSORPTION D'EAU SUR LE COMPORTEMENT DES BIO-COMPOSITES. 2021.

Résumé

Les polymères sont connus pour leur hydrophobicité, c'est-à-dire qu'ils absorbent peu l'eau, contrairement aux matières végétales qui sont de nature hydrophile, C'est pour cette raison que les composites préparés à partir de ces deux matières (polymères/fibres végétale) nécessitent une étude sur le phénomène d'absorption d'eau, sachant que ce phénomène est l'un des facteurs majeurs du vieillissement physique des composites. Le but essentiel de ce travail est d'étudier l'absorption d'eau des composites naturels à base d'une matrice époxy et de fibre de liège. L'expérience adopte les méthodes CCD et RSM pour optimiser et modéliser les résultats.

Les mots clés : Biocomposite (PEHD/liège), l'absorption de l'eau, la méthode de surface de réponse (MSR).

Abstrac

Polymers are known for their hydrophobicity, i.e. they absorb little water, unlike plant materials which are hydrophilic by nature. For this reason, composites prepared from these two materials (polymers/fibres végétale) require a study of the phenomenon of water absorption, given that this phenomenon is one of the major factors in the physical aging of composites. The essential aim of this work is to study the water absorption of natural composites based on an epoxy matrix and cork fiber. The experiment adopts CCD and RSM methods to optimize and model the results.

Key words: Biocomposite (HDPE/cork), water absorption, surface response method (RSM).

المخلص

تشتهر البوليمرات بقدرتها على مقاومة الماء ، أي أنها تمتص القليل من الماء ، على عكس المواد النباتية المحبة للماء بطبيعتها. ولهذا السبب تتطلب المركبات المحضرة من هاتين المادتين (البوليمرات / الألياف النباتية) دراسة ظاهرة امتصاص الماء ، مع العلم أن هذه الظاهرة هي أحد العوامل الرئيسية لتغيير الحالة الفيزيائية للمركبات. الغرض الرئيسي من هذا العمل هو دراسة امتصاص الماء من المركبات الطبيعية على أساس مصفوفة الايبوكسي وألياف الفلين. تعتمد التجربة طرق CCD و RSM لتحسين وصياغة النتائج.

الكلمات المفتاحية: المركب الحيوي (HDPE / الفلين) ، امتصاص الماء ، طريقة سطح الاستجابة (MSR).