

NOTE TO USERS

Page(s) not included in the original manuscript are unavailable from the author or university. The manuscript was microfilmed as received.

83

This reproduction is the best copy available.

UMI

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DES PARAMÈTRES D'INJECTION
INFLUENÇANT LE COMPORTEMENT D'UN COMPOSITE
POLYSTYRÈNE FIBRES DE VERRE COURTES

SÉBASTIEN TREMBLAY
DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE CHIMIQUE)
AVRIL 1998



National Library
of Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisitions et
services bibliographiques

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-38715-1

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

ÉTUDE DES PARAMÈTRES D'INJECTION
INFLUENÇANT LE COMPORTEMENT D'UN COMPOSITE
POLYSTYRÈNE FIBRES DE VERRE COURTES

présenté par: TREMBLAY Sébastien

en vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. PERRIER Michel, Ph.D., président

M. LAFLEUR Pierre G., Ph.D., membre et directeur de recherche

M. AIT-KADI Abdellatif, Ph.D., membre et codirecteur de recherche

M. FISA Bohuslav, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

J'aimerais d'abord remercier monsieur Pierre G. Lafleur, mon directeur de recherche, qui croit en moi depuis plusieurs années déjà. Sa très grande disponibilité et ses conseils judicieux en font un directeur de recherche hors pair.

Mes remerciements vont aussi à monsieur Abdellatif Ait-Kaidi qui est à l'origine de ce projet et qui m'a permis de travailler à l'Université Laval pendant quelques semaines question de changer le mal de place.

J'aimerais aussi remercier les techniciens du CRASP, Messieurs Carol Painchaud, Jacques Beausoleil et Richard Dallaire pour tout, leur bonne humeur, leurs conseils techniques et surtout d'avoir enduré mes *meudejos*.

Mes remerciements à Bernard Rioux, associé de recherche à l'Université Laval, pour sa grande patience et aussi sa disponibilité. Merci Bern!

À ma famille que j'aime beaucoup, mon père, ma mère et ma soeur qui m'ont soutenu financièrement (n'ayons pas peur des mots!) mais surtout qui ont cru en moi et m'ont donné le courage de poursuivre mes études aux cycles supérieurs, merci.

Aux étudiants du CRASP et les autres, j'espère ne pas en oublier: 'Nagano' Fred, Ingrid 'à ma gauche', Florence 'babe', Claude 'Saturday night fever', DomCCM (Coke Centre Molson), 'Poupa' JC, '7h15' Christophe, Pat 'the cat', 'crochet' Luc, 'la stimulante' Nathalie, 'Petit pois Aylmer' Anik, Joël 'le bigot', Jean-François 'du cigare au verglas', 'banane' Marie-Josée, Marc 'vélo tarot casso', Éric 'toi t'as le ptit', 'oui ça tu peux le faire' Ouhlal, 'Génial Sergio' Guillaume, 'coucou' Agnès, Karine 'hands reliever', Meddad et Bruno. Merci!

Merci au personnel de soutien du département de génie chimique, Sabine Plusquellec pour sa sympathie envers mon chat, à Martine Lamarche ainsi qu'à Diane Héroux pour son efficacité habituelle.

À Loreena McKennit, pour sa voix enchanteresse...

Et si on ne le fait pas, on s'en veut. Merci à Martine, ma copine, qui a su me rattraper juste au bon moment. Et Gaby, mon ange cornu avec des ailes de tôles, je t'adore.

RÉSUMÉ

Les fibres de verre courtes ont un attrait considérable pour le renfort de matrices thermoplastiques. Leur facilité de mise en forme par des moyens conventionnels de transformation tel le moulage par injection en font des matériaux de choix. Toutefois, afin de maximiser les propriétés d'une pièce moulée, il convient de devoir préserver au maximum l'intégrité des fibres.

Cette étude a pour objectif principal de déterminer, à l'aide de plans expérimentaux statistiques, l'effet de la dégradation des fibres de verre sur les propriétés mécaniques de pièces moulées à matrice de polystyrène. Les plans expérimentaux statistiques ont l'avantage de pouvoir quantifier l'effet (positif ou négatif) d'un paramètre relativement à un autre sur une variable donnée (propriétés mécaniques, dégradation des fibres etc.). L'étude de la dégradation des fibres de verre a été le sujet de nombreuses études par le passé mais il n'en demeure pas moins qu'il s'agit d'un paramètre essentiel lors de la modélisation micromécanique des matériaux composites.

Parmi les 5 paramètres à l'étude (température du baril d'injection, température du moule d'injection, vitesse d'injection, concentration volumique en fibre et la taille initiale des fibres), deux ont une incidence significative sur la dégradation des fibres de verre. À haute concentration en fibres (~ 15% vol.), la dégradation des fibres est plus importante. Le paramètre concentration volumique explique à lui seul 44% de la variabilité totale par rapport à tous les paramètres significatifs. Ceci est expliqué par les interactions fibre-fibre plus importante à haute

concentration ainsi qu'à l'augmentation de viscosité due à la présence en quantité importante de fibres.

Les paramètres ayant une incidence sur la dégradation des fibres ont un impact direct sur les propriétés mécaniques. La contrainte à la rupture ainsi que le point de déchaussement des fibres est intimement lié à la longueur moyenne des fibres. Les fibres plus longues permettent un meilleur renfort du composite à haute déformation. Le module en tension n'est pas affecté par la longueur des fibres mais la concentration volumique en fibres explique 82% de la variabilité de celui-ci.

À l'aide des paramètres significatifs, un modèle statistique de prédiction est bâti et il permet de prédire la dégradation des fibres de verre avec une erreur maximale de 10% et les propriétés mécaniques avec une erreur maximale de 5%. Les résultats expérimentaux se comparent bien avec les modèles empiriques de prédiction des propriétés mécaniques (Halpin-Tsai, Kelly et Tyson, Ccx etc.). Tous les essais expérimentaux possèdent une orientation préférentielle selon l'axe d'écoulement, les modèles ont donc peu de difficulté à bien représenter le comportement des composites.

La conductibilité thermique transverse des composites, paramètre essentiel lors de la modélisation de l'écoulement de ceux-ci, a été mesurée. Les modèles existants de prédiction prédisent bien ce paramètre à faible concentration en fibres (~ 5%). À haute concentration, les effets de bouts deviennent de plus en plus importants et les modèles divergent des résultats expérimentaux. Ces

modèles exigent aussi une connaissance exacte des paramètres telle la conductibilité thermique des fibres de verre et la résistivité thermique de contact entre les fibres et la matrice porteuse.

L'étude statistique a permis de montrer qu'une optimisation basée sur les propriétés mécaniques sur les modules de tension et de flexion est plus efficace qu'une optimisation basée sur la contrainte à la rupture. La quantification de l'effet d'un paramètre vis-à-vis un autre permet donc de cibler les efforts vers une optimisation rapide des propriétés désirées.

Ce mémoire montre l'utilité des plans expérimentaux de Taguchi pour le choix des paramètres d'injection dans le but d'améliorer une propriété donnée.

ABSTRACT

Short fiberglass fibers have gained a lot of attention as a reinforcing agent for thermoplastic composites since their molding capability has been transferred to the conventional injection molding process. Nevertheless, fiber integrity has to be maintained to give the composite the desired properties.

The main objective of this study is to obtain information on the effect of the numerous injection parameters on fiber degradation inside a polystyrene matrix. The downside on mechanical and thermal properties of molded composite is also studied. Statistical experimental design has been used to obtain a rough estimate of the quantitative relative effects of one parameter to another on a response variable.

From the five injection parameters studied (injection unit temperature profile, mold temperature, volume fraction of fiber, injection speed and initial fiber length distribution), volume fraction of fiber has proven to be the parameter with the most significant effect on fiber degradation (44 %) and on mechanical properties (80%). Severe degradation at high fiber volume fraction leads to the common idea of the fiber-fiber interaction as the principal mechanism of fiber degradation. However, the effect of injection speed being non-negligible puts more interest in an hybrid mechanism of fiber degradation with a fiber-matrix and fiber-machinery interaction coupled with the fiber-fiber interaction. Effects of higher viscosity in higher fiber volume fraction are also suspected to be responsible for fiber degradation.

Parameters having an incidence on fiber degradation have a direct impact on mechanical properties. Fiber pull-out and stress at break have a strong and direct relation with fiber length distribution. At high deformation, longer fiber acts as a better reinforcing agent for composite materials. The mean fiber length does not affect tensile modulus but the fiber volume fraction explains 80% of the variation.

Statistical prediction models are built with the significant parameters. These models can predict the amplitude of fiber degradation with a maximal error of 10%. Mechanical properties (tensile and flexural modulus and stress at break) are statistically modeled with a maximum error of 5%. Experimental data also agrees fairly well with unidirectional fiber tensile modulus prediction models (Cox, Halpin-Tsai, Kelly and Tyson). Orientation measurements confirmed the perfect alignment of the fibers with the direction of solicitation, giving analytical models no problem whatsoever in predicting the behavior of thermoplastic composites.

Transverse heat conductivity of composite is an essential parameter when the flow of the melt pool and the solidification modelling of the composite material is at stake. Prediction models agree within 5% of error with experimental data at low fiber volume fraction both in the solid and the melted state of the composite. Diverging results at high fiber volume fraction seems to be a fiber ends effect, resulting in a non-negligible influence of the contact resistance of heat transfer between the fiber and the matrix. The analytical models are less attractive since the exact knowledge of numerous parameters, such as heat conductivity of fibers and matrix, exact fiber volume fraction and thermal resistance of contact have to be known.

The statistical study demonstrated that optimization based on mechanical properties (flexural and tensile modulus) created less downside than optimization based on stress at break and minimal degradation.

This study showed the utility of statistical experimental planning (Taguchi method) for the choice of injection molding parameters leading to the desired targeted properties.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iv
RÉSUMÉ	vi
ABSTRACT	ix
TABLE DES MATIÈRES	xii
LISTE DES TABLEAUX	xvi
LISTE DES FIGURES	xvii
LISTE DES ANNEXES	xix
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xx
AVANT-PROPOS	xxiii
INTRODUCTION	1

CHAPITRE I Dégradation des fibres de verre lors du processus d'injection	4
1.1 Introduction	4
1.2 Revue de la littérature	5
1.3 Méthodologie	10
1.3.1 Matières premières et préparation des mélanges	10
1.3.2 Présentation des plans expérimentaux	11
1.3.3 Choix de la variable de réponse	14
1.3.4 Injection des échantillons	15
1.3.5 Extraction et observation des fibres	16
1.4 Résultats des mesures de dégradation et analyse statistiques	17
1.4.1 Paramètres significatifs pour les essais sans traitement de surface sur les fibres	19
1.4.2 Effets du traitement de surface sur la dégradation des fibres de verre	24
1.5 Modèle statistique/prédictif de la dégradation des fibres de verre	24
1.6 Configuration optimale minimisant la dégradation des fibres de verre	27
 CHAPITRE II Influence des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques	
en tension et en flexion	30
2.1 Introduction	30
2.2 Revue de la littérature	31
2.2.1 Modèles de prédiction de propriétés mécaniques	31
2.2.1.1 Modèles empiriques	31
2.2.1.2 Modèles micromécaniques	35

2.2.2 Mesures dilatométriques	38
2.2.3 Déformation à caractère isotrope.....	39
2.2.4 Déformation à caractère orthotrope	40
2.2.5 Théories reliées à la dilatométrie.....	41
2.3 Méthodologie.....	43
2.4 Résultats	45
2.4.1 Orientation des fibres.....	45
2.4.2 Essai de traction.....	47
2.4.2.1 Analyse statistique des résultats obtenus en tension	49
2.4.2.2 Effets du traitement de surface sur les propriétés mécaniques en tension.....	53
2.4.3 Confrontation des modèles théoriques aux résultats expérimentaux	55
2.4.4 Point de décohésion fibres/matrice.....	57
2.4.5 Essais en flexion.....	61
2.4.5.1 Effet du traitement de surface sur le module en flexion.....	62
2.4.5.2 Modèle statistique/prédictif du module en flexion.....	63
2.5 Optimisation des propriétés mécaniques	64
2.5.1 Choix des modalités optimales des paramètres d'injection.....	65
CHAPITRE III Conductibilité thermique des composites thermoplastiques	69
3.1 Introduction	69
3.2 Revue des modèles de prédiction de la conductibilité thermique	71
3.2.1 Modèles théoriques et semi-empiriques.....	72
3.2.2 Modèles analytiques et micromécaniques.....	75

3.3 Méthodologie expérimentale	77
3.3.1 Mesure de la conductibilité thermique en régime permanent.....	77
3.3.2 Mesure de la conductibilité thermique en régime transitoire	80
3.4 Résultats	82
3.4.1 Influence de la concentration volumique en fibres	83
3.4.2 Influence de la température.....	85
3.4.3 Comparaison des mesures en régime permanent avec les mesures en transitoire	87
 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	 88
 RÉFÉRENCES.....	 90

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1	Paramètres responsables de la dégradation des fibres de verre selon la littérature.....	9
Tableau 1.2	Paramètres à l'étude et modalités employées	12
Tableau 1.3	Plan expérimental principal	13
Tableau 1.4	Plan expérimental secondaire	14
Tableau 1.5	Paramètres d'injection constants	16
Tableau 1.6	Paramètres significatifs pour les essais sans traitement de surface de fibres	20
Tableau 1.7	Évolution de la dégradation pour l'essai 10 (15% vol.)	23
Tableau 1.8	Configurations optimales prédites par le modèle de dégradation	28
Tableau 1.9	Validation du modèle statistique (essais supplémentaires)	29
Tableau 2.1	Paramètres significatifs pour le module d'élasticité	49
Tableau 2.2	Paramètres significatifs pour la contrainte à la rupture	50
Tableau 2.3	Analyse statistique avec effet de traitement de surface (module d'élasticité)	53
Tableau 2.4	Paramètres significatifs pour le module en flexion	61
Tableau 2.5	Analyse statistique avec effet de traitement de surface (module en flexion)	63
Tableau 2.6	Optimisation des propriétés (modalités à utiliser)	66
Tableau 3.1	Correspondance des variables (thermiques et mécaniques)	76
Tableau 3.2	Paramètres de conduction	83

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Configuration des vis employées pour l'étape de mélange (bi-vis).....	11
Figure 1.2	Points de mesure de la dégradation lors du processus d'injection.....	15
Figure 1.3	Fonction de distribution cumulative de Weibull.....	18
Figure 1.4	Distribution de longueurs de fibres typique	19
Figure 1.5	Variation de distributions de longueur de fibres pour les essais 4 et 10	22
Figure 1.6	Comparaison des résultats expérimentaux de dégradation aux valeurs prédites par le modèle statistique	26
Figure 2.1	Modèle à 3 phases de Whitney [31].....	36
Figure 2.2	Morphologie coeur-peau obtenu lors du moulage par injection, coupe perpendiculaire à l'écoulement obtenue par CMR (tiré de Darlington et McGinley [44]).....	46
Figure 2.3	Orientation des fibres telle qu'observée sur des plans de coupe parallèle et perpendiculaire à l'écoulement pour du PP chargé à 40% de fibres pour 2 moules d'épaisseurs différentes (a) 5,08 mm et (b) 1,00 mm (tiré de Sanou et al. [46]).....	47
Figure 2.4	Courbe contrainte-déformation typique pour un PS-fibre de verre.....	48
Figure 2.5	Évolution du module en tension et de la contrainte à la rupture en fonction de la longueur moyenne des fibres.....	52
Figure 2.6	Évolution de la fraction non-enduite de traitement de surface en fonction du facteur de forme des fibres.....	54
Figure 2.7	Comparaison de modèles statistiques aux résultats expérimentaux (module d'élasticité).....	56

Figure 2.8	Prédiction du modèle micromécanique de Meddad <i>et al.</i> , confrontation aux résultats expérimentaux	57
Figure 2.9	Déformation volumique du composite en fonction de la déformation axiale, (a) PS pur, (b) PS + 15% de fibres et (c) courbe contrainte-déformation du PS + 15% de fibres	58
Figure 2.10	Point de décohésion fibres/matrices observé pour quelques essais en fonction de la longueur moyenne des fibres	60
Figure 2.11	Essai de flexion 3 points.....	62
Figure 2.12	Comparaison des modules expérimentaux en flexion à ceux du modèle statistiques	64
Figure 2.13	Incidence de l'optimisation sur les propriétés étudiées	67
Figure 3.1	Évolution de k_c^d en fonction du k_f (tiré de Wetherhold et Wang [51])	73
Figure 3.2	Influence de la concentration volumique en fibres sur la conductibilité thermique ($T=52^\circ\text{C}$)	84
Figure 3.3	Évolution de la conductibilité thermique en fonction de la concentration volumique (avec k_f corrigée)	85
Figure 3.4	Influence de la température sur la conductibilité thermique.....	86

LISTE DES ANNEXES

Annexe A Plans expérimentaux statistiques	101
A.1 Origine.....	101
A.2 Applicabilité des plans expérimentaux.....	101
A.2.1 Avantages des plans expérimentaux	102
A.2.2 Inconvénients des plans expérimentaux.....	102
A.3 Méthodologie des plans expérimentaux	102
A.3.1 Types de plans expérimentaux	106
A.3.2 Définitions des termes statistiques	106
A.3.2.1 Contrastes	106
A.3.2.2 Somme des carrés associée à un contraste	107
A.3.2.3 Demi-effet associé à un contraste.....	107
A.3.2.4 Stabilité des essais (critères ANOM et ANOVA)	108
A.3.2.5 Test de signification des contrastes	109
 Annexe B Calculs statistiques reliés à la dégradation des fibres.....	 110
 Annexe C Paramètres de la fonction cumulative de Weibull à 3 paramètres et	
concentration volumique pour les 16 essais.....	111
 Annexe D Calculs statistiques reliés aux propriétés mécaniques en tension	 112
 Annexe E Calculs statistiques et résultats en flexion.....	 114

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

a	Facteur de forme (L/D)
A	Surface d'échange
α	Modalité
α_p	Diffusivité
D	Diamètre
$\left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)$	Déformation volumique
E	Module d'élasticité
ε	Déformation
ε_a	Déformation axial
ε_t	Déformation transversale
h_c	Coefficient de transfert de chaleur de contact
k	Conductibilité thermique
K	Paramètre d'efficacité
L	Longueur
L_n	Longueur moyenne en nombre
λ	Degré d'orientation
ϕ	Fraction volumique
q	Flux de chaleur
Q'	Impulsion de chaleur
r	rayon d'une fibre

σ	Contrainte
t	temps
T	Température
T_0	Température initiale
τ	Contrainte de cisaillement à l'interface
θ	Orientation d'une fibre
χ_1	Facteur de correction pondéré par la distribution de longueur des fibres
χ_2	Facteur de correction pondéré par la distribution d'orientation des fibres

Indice

A	Paramètre 'Température de la vis d'injection'
B	Paramètre 'Température du moule'
c	Composite
do	Paramètre d'interaction 'Taille initiale des fibres' vs 'Concentration volumique en fibres'
dh	Paramètre d'interaction 'Taille initiale des fibres' vs 'Vitesse d'injection'
D	Paramètre 'Taille initiale des fibres'
f	Fibre
flex	Flexion
H	Paramètre 'Vitesse d'injection'
m	Matrice
O	Paramètre 'Concentration volumique'
oh	Paramètre d'interaction 'Concentration volumique en fibres' vs 'Vitesse d'injection'
var	Variation

Exposant**B. Cis.** Bande de cisaillement**Cav.** Cavitation**D** Transversale**Élas.** Élastique**T** Tension

AVANT PROPOS

Ce mémoire s'insère à l'intérieur d'un projet portant sur le comportement des fibres courtes lors du moulage par injection.

Le but de ce projet est de prédire les propriétés mécaniques d'une pièce moulée à partir des paramètres d'injection ayant servi à fabriquer celle-ci. Ceci se fera par un couplage entre un modèle d'écoulement et un modèle micromécanique. Les résultats présentés dans ce mémoire permettront de valider en partie ces deux modèles.

Plusieurs modèles permettent de prédire les propriétés mécaniques à partir d'une orientation donnée de fibres. Il existe aussi quelques modèles d'écoulement simple permettant de prédire une orientation finale des fibres à partir de conditions d'opération. Mais personne n'est encore en mesure de prédire les propriétés mécaniques finales à partir de simples conditions opératoires.

Ce mémoire est en fait une génération de données et d'expériences nécessaires à la modélisation subséquente de l'écoulement et des propriétés mécaniques.

INTRODUCTION

Le moulage par injection est le procédé de transformation des polymères thermoplastiques en objet de dimension finie le plus répandu. Ce procédé génère environ 32% de l'ensemble des produits de transformation des thermoplastiques. Ce procédé n'étant pas encore parfaitement compris et les exigences du marché étant de plus en plus élevées génèrent un intérêt constant dans le domaine de la recherche sur la mise en forme des polymères.

Une presse à injection est constituée de deux parties principales. La première consiste en une vis sans fin à l'intérieur d'un baril chauffé qui permet de faire fondre le polymère lorsque la vis tourne. Une fois le polymère fondu et dosé en bonne quantité à l'avant de la vis d'injection, la vis arrête de tourner et passe en mode de transfert. La vis agit alors comme piston et pousse le polymère vers la seconde partie de la presse à injection constituée du moule ayant la forme de la pièce désirée.

La mise en forme des polymères est relativement facile comparativement à la mise en forme de métaux. Les propriétés mécaniques des polymères sont toutefois de beaucoup inférieures à celles des métaux. Dans le but de donner aux polymères une certaine valeur ajoutée leur permettant de compétitionner avec les métaux, plusieurs industriels ont commencé à introduire des charges renforçantes aux matrices polymériques tels les fibres de verre. Initialement, l'ajout des fibres se faisait par pultrusion qui est un procédé de mouillage des fibres par la matrice polymérique par

extrusion. La venue des fibres courtes a permis d'étendre l'utilisation de celles-ci au procédé de moulage par injection.

Les polymères thermoplastiques sont constitués de longues chaînes moléculaires qui peuvent s'entremêler ou cristalliser en certains endroits mais qui doivent d'abord être fondus pour leur mise en forme. Ces longues chaînes moléculaires donnent aux polymères un caractère viscoélastique qui rendent la modélisation de l'écoulement à l'état fondu difficile. La modélisation de l'écoulement des polymères fondus à l'intérieur d'une cavité est un domaine de recherche en constant essor. La voie de l'avenir en ce qui a trait à l'optimisation des propriétés se situe à l'intérieur d'une modélisation hybride permettant de simuler l'écoulement tout en y incorporant une prédiction de l'orientation des fibres.

Dans le but de tirer profit de l'ajout des fibres, il convient de choisir des paramètres d'injection qui permettront d'orienter les fibres selon les axes principaux de sollicitation tout en préservant leur intégrité. Plusieurs variables d'injection peuvent influencer l'orientation des fibres, la dégradation des fibres et par ce fait même les propriétés mécaniques des pièces injectées. La méthode d'essais et erreurs utilisée pour optimiser les propriétés de ces matériaux composites est hasardeuse dû au nombre élevé d'expériences nécessaires. Taguchi, au début des années '60, a proposé une méthode d'analyse statistique avec des plans expérimentaux ayant un nombre minimal d'expériences tout en permettant un niveau de connaissance maximale.

Le principal objectif de ce mémoire est de déterminer les paramètres d'injection influençant les propriétés mécaniques en tension (module et contrainte à la rupture) et ceux qui régissent la dégradation des fibres de verre. De manière plus spécifique, il s'agira de:

- 1) montrer l'efficacité des plans statistiques expérimentaux (Taguchi) ;
- 2) déterminer les modèles prédictifs les plus adéquats pour les prédictions concernant les propriétés mécaniques et la conductibilité thermique et
- 3) produire des résultats expérimentaux nécessaires à une modélisation subséquente de l'écoulement et des propriétés mécaniques.

Quoique reliées, l'étude de la dégradation des fibres de verre (chapitre I) et les propriétés mécaniques (chapitre II) sont traitées dans des chapitres différents. L'étude de la conductibilité thermique (chapitre III) n'étant pas reliée par le même plan expérimental utilisé pour les chapitres I et II, elle sera traitée de façon indépendante.

Les chapitres sont tous bâtis de la même façon. Ils débutent par une revue de la littérature portant sur le sujet du chapitre, une méthodologie expérimentale et enfin une analyse des résultats expérimentaux couplés avec une comparaison avec les modèles statistiques et empiriques existants.

CHAPITRE I

DÉGRADATION DES FIBRES DE VERRE LORS DU PROCESSUS D'INJECTION

1.1 Introduction

L'étude de la dégradation des fibres de verre lors des différentes étapes de transformation (extrusion et injection) est d'une importance capitale. La distribution de longueur de fibres donnée par le manufacturier n'est inévitablement pas identique à la distribution de longueur de fibres à l'intérieur d'une pièce moulée.

Il est donc intéressant de déterminer les facteurs contrôlant la dégradation des fibres. Une fois ces facteurs isolés, il sera souhaitable de contrôler ces facteurs permettant de préserver au maximum l'intégrité des fibres.

L'objet de ce chapitre est de déterminer l'influence de différents paramètres d'injection (i.e. vitesse d'injection, température de la vis d'injection etc.) sur la dégradation des fibres de verre. En minimisant la dégradation des fibres ou en prédisant la distribution de celles-ci, les propriétés escomptées (mécaniques, thermiques etc.) seront optimisées en fonction de l'usage désiré du composite. Une méthode statistique est employée pour déterminer de façon efficace les facteurs importants responsables de la dégradation des fibres.

1.2 Revue de la littérature

Quelques auteurs se sont déjà penchés sur les facteurs pouvant influencer la dégradation des fibres. La plupart observent des tendances mais aucun ne peut identifier l'importance relative d'un facteur (effet) vis à vis un autre. Cette revue a toutefois pour but de faire une première identification des paramètres pouvant influencer la dégradation des fibres.

Denault *et al.* [1] ont étudié la dégradation des fibres de verre longues (longueur variant de 0.3 à 13 mm) dans des matrices polypropylène et polybutylène terephthalate. Ils ont noté une forte influence de la concentration volumique initiale en fibre sur l'attrition des fibres. Ils attribuent cette dégradation à une augmentation de la viscosité due à la présence de plus en plus importante des fibres ainsi qu'à l'interaction significative entre les fibres elles-mêmes lorsque la concentration de ces dernières augmente (théorie du régime de dilution).

Ciannelli *et al.* [2] ont observé qu'une injection lente (faible cisaillement) couplée à une température d'injection élevée minimise la dégradation des fibres, leur objectif étant de fondre rapidement la matrice par conduction thermique externe plutôt que par cisaillement (dissipation visqueuse); ce dernier accentuant l'attrition des fibres. La matrice étant fondue rapidement, les fibres sont soumises à des efforts en cisaillement moindres.

Vaxman *et al.* [3] ont étudié la dégradation des fibres de verre à l'intérieur d'une matrice polystyrène lors d'expérience menées en rhéométrie capillaire. Ils ont noté une dégradation

significative même à faible taux de cisaillement. Leurs résultats sont donc en contradiction avec ceux de Cianelli *et al* [2].

Czarnecki *et al.* [4] ont étudié le phénomène de dégradation des fibres de verre dans une matrice polystyrène. Ils ont étudié la dégradation des fibres lors de l'étape de calandrage à 150°C en la comparant à la dégradation survenant à l'intérieur d'un mélangeur interne (*Brabender*). Pour tous leurs systèmes étudiés, la viscosité (mesurée à l'aide d'un rhéomètre à plaques parallèles) augmentait avec l'ajout de fibres. Leurs courbes de viscosité obtenues pour diverses concentrations peuvent être représentées par une seule courbe maîtresse comme il est courant de le faire pour des courbes de viscosité obtenues à plusieurs températures différentes. Ils ont conclu que la dégradation des fibres n'était pas due à l'interaction fibres/fibres mais plutôt à une augmentation de la viscosité générée par la présence des fibres (interaction fibre/matrice). Les résultats de Czarnecki *et al.* concordent bien avec les résultats antérieurs de Chan *et al.* [5].

Dans un même ordre d'idée, Fisa [6] a effectué des études de dégradation à l'intérieur d'un mélangeur interne (*Brabender*) sur un système polypropylène-fibres de verre. La concentration volumique en fibres a un effet significatif sur la dégradation. Il a observé que pour des temps de mélange différents, la dégradation n'est pas aussi significative pour une concentration donnée. Il suppose donc que la dégradation des fibres n'est pas seulement due à l'interaction fibre-fibre mais aussi à l'interaction fibre-matrice. Bailey et Kraft [7] ont par la suite confirmé que la dégradation des fibres était en majeure partie causée par les interactions fibre-matrice.

Akay et Barkley [8] ont étudié l'effet de conditions opératoires d'injection sur la dégradation des fibres de verre dans une matrice polyamide. Ils ont de plus mesuré l'effet des conditions opératoires sur les propriétés mécaniques. Deux systèmes ont été étudiés, un avec des fibres courtes ($L_N = 400\mu\text{m}$) et l'autre avec des fibres de verre longues ($L_N = 9.5\text{ mm}$). Peu importe la distribution initiale de fibres, leurs distributions finales possédaient une moyenne en longueur autour de 200 à 300 μm . Pour toutes leurs conditions opératoires, le module élastique ne varie pas mais dans le cas où l'intégrité des fibres est préservée, la contrainte à la rupture (*Ultimate tensile strenght*) est supérieure. Leurs résultats sont reliés à la longueur critique d'une fibre pouvant transférer la contrainte de la matrice vers la fibre avant le déchaussement de celle-ci. Puisque le module d'élasticité est calculé à partir de faibles déformations, le déchaussement des fibres (qui est une fonction de la longueur critique des fibres) n'a pas encore débuté permettant ainsi à toutes les fibres de participer au renfort de la matrice. Lorsque les déformations deviennent plus importante (i.e. pour la contrainte à la rupture), le nombre de fibres disponibles diminuent puisqu'une partie des fibres se sont détachées de la matrice. La longueur moyenne des fibres devient donc un paramètre important lors du calcul de la contrainte à la rupture.

Franzén *et al.* [9] ont caractérisé la dégradation des fibres dans une extrudeuse. Ils ont de plus effectué une revue substantielle de la plupart des publications traitant de la dégradation de fibres à l'intérieur de matrices polymère. Cet article est en fait une référence en ce qui a trait au sujet de la dégradation des fibres et des mécanismes de rupture des fibres. Ils ont observé que la concentration en fibre avait un effet pratiquement négligeable sur la dégradation. Ils ont attribué cette différence à leur méthode de mélange. Des mélanges de type *dry blend* sont beaucoup plus dommageables que ceux effectués à partir de granules hautement chargés que l'on dilue avec de la

matrice vierge. Ainsi, l'effet de la concentration pour leur système et leur mode de préparation de leurs échantillons a peu d'effets sur la dégradation.

Ehrhardt [10] a suivi la dégradation des fibres de verre tout au long du processus d'injection pour un système PP+ fibres de verre longues. Il a déterminé que la vis d'injection était responsable de 61% de la dégradation, le clapet 19%, la buse 6% et le moule 4%. Il faut toutefois prendre en considération que tous ces facteurs sont fonction de la géométrie de la vis d'injection (notamment sa longueur) et de la géométrie du moule.

Le tableau 1.1 résume les principaux paramètres identifiés comme responsable de la dégradation selon la littérature et ce, pour plusieurs systèmes.

Tableau 1.1 Paramètres responsables de la dégradation des fibres selon la littérature

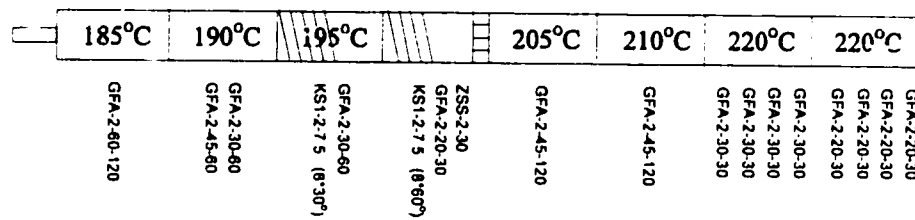
Auteurs	Systèmes	Paramètres / Conclusions
Deneault et al. (1988)	PP + Fibres de verre PBT + Fibres de verre	La concentration volumique en fibre a un effet significatif sur la dégradation.
Cianelli et al. (1988)	Fibres de verre	Une température d'injection élevée couplée a une vitesse d'injection lente minimise la dégradation des fibres.
Akay et Barkley (1992)	PA + Fibres de verre (50% mass)	Dégradation sévère lors de l'injection.
Fisa (1985)	PP + Fibres de verre	Les interactions fibre-fibre et fibre-matrice sont responsables de la dégradation des fibres.
Vaxman et al. (1989)	PS + Fibres de verre (35% mass.)	Dégradation significative des fibres même à faible taux de cisaillement.
Czarnecki et al. (1980)	PS + Fibres de verre PS + Fibres de Kevlar PS + Fibres de cellulose	Augmentation de viscosité due à la présence des fibres qui augmente la dégradation des fibres.
Franzén et al. (1989)	PA + Fibres de verre PEBD + Fibres d'Aluminium	La concentration volumique n'a aucun effet.

1.3 Méthodologie

1.3.1 Matières premières et préparation des mélanges

Les fibres de verres courtes (type E) sont fournies par *Owen's Corning*TM (739EC 1/32 po et 731ED 1/8 po.). Ces fibres ont été préalablement dégarnies de leur traitement de surface avant l'étape d'extrusion à la bi-vis par une pyrolyse à 575°C pendant 4 heures. La matrice polystyrène employée provient de *Novacor* (polystyrène 777 cristal) et possède un indice de fluidité de 7.5 g/10 min.

De ce fait, 4 mélanges ont été préparés (soient avec des fibres 1/8 po. à 5 et 15% vol. et avec des fibres 1/32 po. à 5 et 15% vol.) sur une extrudeuse bi-vis co-rotative *Leistritz* avec une configuration de vis présentée à la figure 1.1. La figure 1.1 est aussi accompagnée des paramètres opératoires d'extrusion. La configuration choisie a pour but de minimiser la dégradation des fibres lors de l'étape de malaxage. Une étude plus approfondie permettrait de déterminer la configuration de vis optimale (minimisant la dégradation) mais ceci n'est pas le but de cette étude. Pour évaluer l'effet du traitement de surface des fibres sur la dégradation, deux autres mélanges ont été préparés avec les fibres 1/32 po. à 5 et 15% vol.



Vitesse de rotation de la vis: 200 RPM

Type de filière: double convergent

Alimentation: Dry-blend zone 1

Type de rotation: co-rotation

Figure 1.1 Configuration des vis employés pour l'étape de mélange (bi-vis)

1.3.2 Présentation des plans expérimentaux

Le plan expérimental est choisi selon les modèles de Taguchi. Ces plans expérimentaux ont l'avantage, après analyse, de pouvoir donner le maximum d'informations avec le minimum d'essais. De plus amples indications sur ces types de plans expérimentaux sont données à l'annexe A du présent ouvrage. Les paramètres d'injection à l'étude ont été choisis en fonction des résultats publiés antérieurement et des besoins du présent projet. Un premier plan expérimental (plan principal) est d'abord élaboré à l'aide de 5 paramètres et pour lesquels les fibres n'ont aucun traitement de surface. Un second plan expérimental (plan secondaire) à 3 paramètres est utilisé pour évaluer l'effet du traitement de surface sur la dégradation des fibres. Le tableau 1.2 présente les paramètres à l'étude ainsi que les modalités qui sont employées pour chacun des paramètres respectifs. Pour alléger le texte, les modalités prendront la valeur supérieure (+) ou inférieure (-) qui correspondra aux valeurs réelles présentées au tableau 1.2

Tableau 1.2 Paramètres à l'étude et modalités employés

Paramètres	Modalités	
	+	-
Température d'injection (profil)	(buse) 218-218-221-224 °C	(buse) 196-196-199-202 °C
Température du moule	65 °C	20 °C
Vitesse d'injection	80 %	20 %
Taille des fibres	731 ED 1/8 po.	739 EC 1/32 po.
Concentration vol. des fibres	15 %	5 %
Traitement de surface des fibres	oui	Non

Le plan principal est un plan factoriel à 16 essais de résolution V et à une réplication. Un plan de résolution V permet de départager les effets d'interactions des effets principaux. Le tableau 1.3 présente le plan expérimental principal.

Tableau 1.3 Plan expérimental principal

Essai No.	Température d'injection	Température du moule	Taille initiale des fibres	Vitesse d'injection	Concentration volumique des fibres
1	-	-	-	-	+
5	-	-	-	+	-
10	-	-	+	+	+
4	-	-	+	-	-
11	-	+	-	+	+
15	-	+	+	+	-
9	-	+	+	-	+
3	-	+	-	-	-
6	+	+	-	-	+
13	+	+	-	+	-
16	+	+	+	+	+
12	+	+	+	-	-
7	+	-	+	-	+
14	+	-	+	+	-
8	+	-	-	+	+
2	+	-	-	-	-

Le plan expérimental secondaire permettant de déterminer l'effet du traitement de surface est présenté au tableau 1.4. Il s'agit d'un plan complet à 3 paramètres et 2 modalités comportant 8 essais.

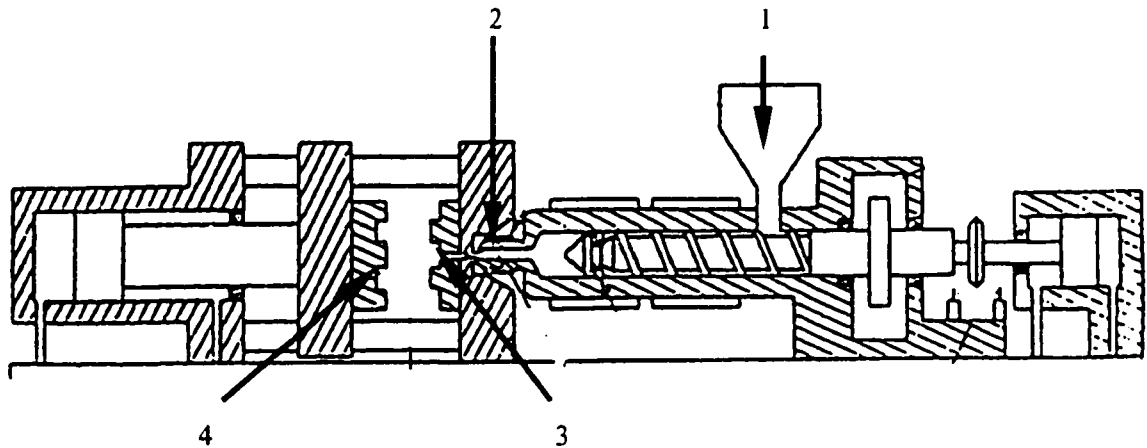
Tableau 1.4 Plan expérimental secondaire

Essai No \ Paramètres	Vitesse d'injection	Concentration volumique en fibre	Traitement de surface
2	-	-	-
8	+	+	-
18	+	-	+
20	-	+	+
31	+	-	-
33	-	-	+
34	+	+	+
35	-	+	-

1.3.3 Choix de la variable de réponse

La variable de réponse utilisée pour quantifier la dégradation est la différence entre la longueur moyenne des fibres à l'entrée de la trémie de la presse à injection et la longueur moyenne des fibres à la section centrale du moule de l'échantillon de traction. En parallèle, des points de mesures intermédiaires de la longueur des fibres sont pris au seuil d'injection et à la buse

d'injection. La figure 1.2 présente les différents points de mesure de la dégradation lors du processus d'injection.



1. Trémis 2. Buse d'injection 3. Seuil d'injection 4. Centre du moule

Figure 1.2 Points de mesure de la dégradation lors du processus d'injection

1.3.4 Injection des échantillons

Le moule utilisé pour l'injection est un moule utilisé pour les essais de traction. Les échantillons de traction (ASTM D638M, type M-II) ont été moulés sur une presse à injection de 68 tonnes de la compagnie *Nissei*. La vis d'injection possède un diamètre de 36 mm. Les échantillons sont moulés selon les spécifications présentées aux tableaux 1.3 et 1.4 précédents. Les paramètres gardés constants lors de l'injection des pièces sont répertoriés au tableau 1.5.

Tableau 1.5 Paramètres d'injection constants

Paramètres	Valeurs machine	Valeurs réelles
Temps d'injection*	8.0 s	8.0 s
Refroidissement (cure time)	20.0 s	20.0 s
Contre Pression (PB)	3%	-
Dosage (moyenne)	27.0 mm	27.48 cm ³
Pression d'injection	85 %	-
Vitesse de rotation de la vis	50 %	70-90 RPM
Retrait de la vis après plastification	5.0 mm	5.0 mm
Pression de maintien	85%	10.3 MPa

* Le temps d'injection comprend le temps de maintien

1.3.5 Extraction et observation des fibres

Les fibres sont retirées de la matrice polystyrène en dissolvant celle-ci avec du tetra-hydrofuranne (THF). Les échantillons sont en contact complet avec le THF pour une durée minimale de 24 heures. Les solutions sont ensuite filtrées à l'aide d'un papier filtre (Format 42). Les fibres dénudées sont récupérées à même le papier filtre prêtes à une mesure ultérieure. L'analyse du filtrat démontre qu'aucune fibre n'a traversé le papier filtre.

Les échantillons de fibres sont déposés sur une lamelle de verre pour observation sous microscope optique. Il s'agit d'un microscope de la compagnie Nikon permettant un grossissement nominal de 10X (au binoculaire) et de 10X à l'optique pour un grossissement final de 100X. Des photos sont prises à l'aide d'une caméra 35 mm avec un temps d'ouverture de 15 ms.

Les photos sont ensuite traitées à l'aide d'une table digitalisante permettant une résolution d'environ 2 μm (marge d'erreur). Entre 300 et 400 fibres sont mesurées pour chaque condition expérimentale.

1.4 Résultats des mesures de dégradation et analyse statistique

Tous les résultats bruts et les calculs statistiques intermédiaires se retrouvent à l'annexe B. L'annexe B présente les résultats pour chacun des essais effectués accompagnés des modalités associées à chacun des paramètres (à effets principaux et à effets d'interaction). Sur les tableaux de l'annexe B, on retrouve aussi le calcul de tous les contrastes, des demi-effets β (nécessaire au calcul du modèle), des sommes de carrées (SS) ainsi que le calcul du ratio F de Fischer pour les tests de signification des contrastes. Le calcul de la variance associé à l'intra variabilité n'existe pas ici étant donné qu'on a absence de réplication des essais. Le calcul de la variance est effectué a posteriori en additionnant toutes les petites sommes de carrées des paramètres peu significatifs. Les tests de Fischer permettent de déterminer, avec un degré de certitude à 95%, les contrastes significatifs. Les distributions cumulatives de longueur sont modélisées selon une fonction de

Weibull à 3 paramètres (figure 1.3). Les paramètres de ces fonctions pour chacune des distributions sont inclus à l'annexe C.

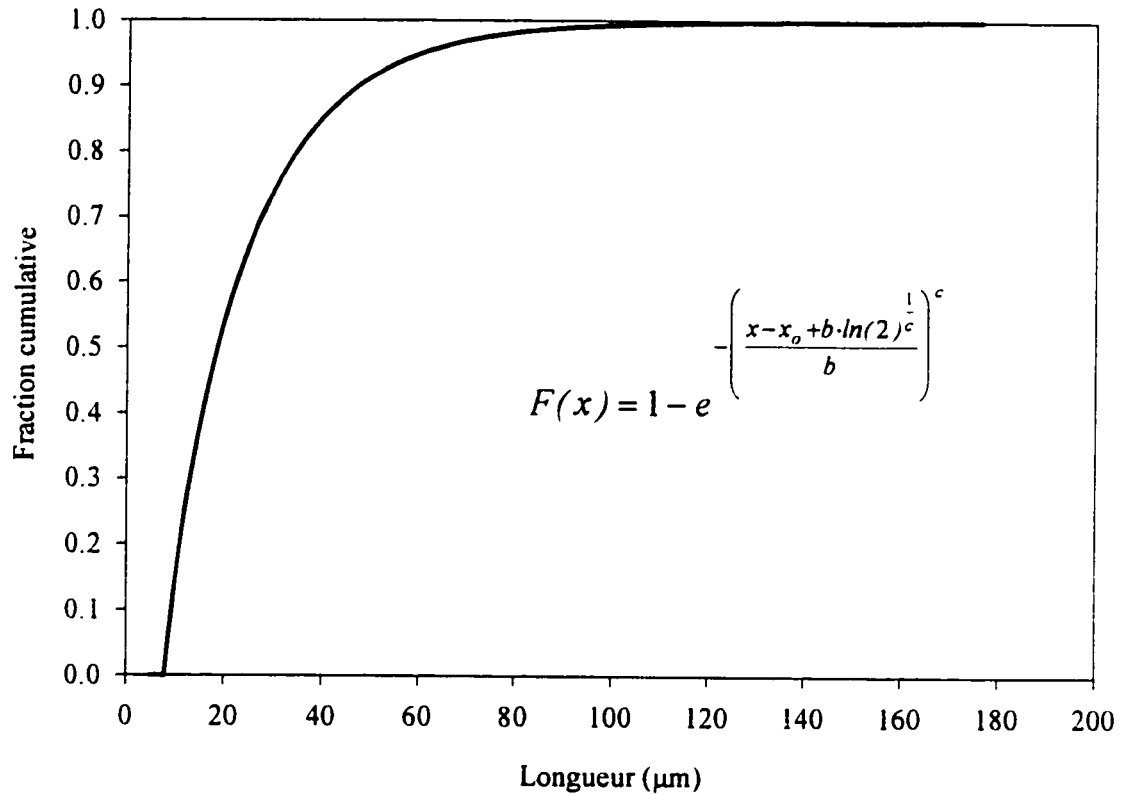


Figure 1.3 Fonction de distribution cumulative de Weibull à 3 paramètres

On peut aussi représenter la fonction de distribution cumulative sous forme d'une distribution complète. La figure 1.4 présente la forme générale de ces distributions.

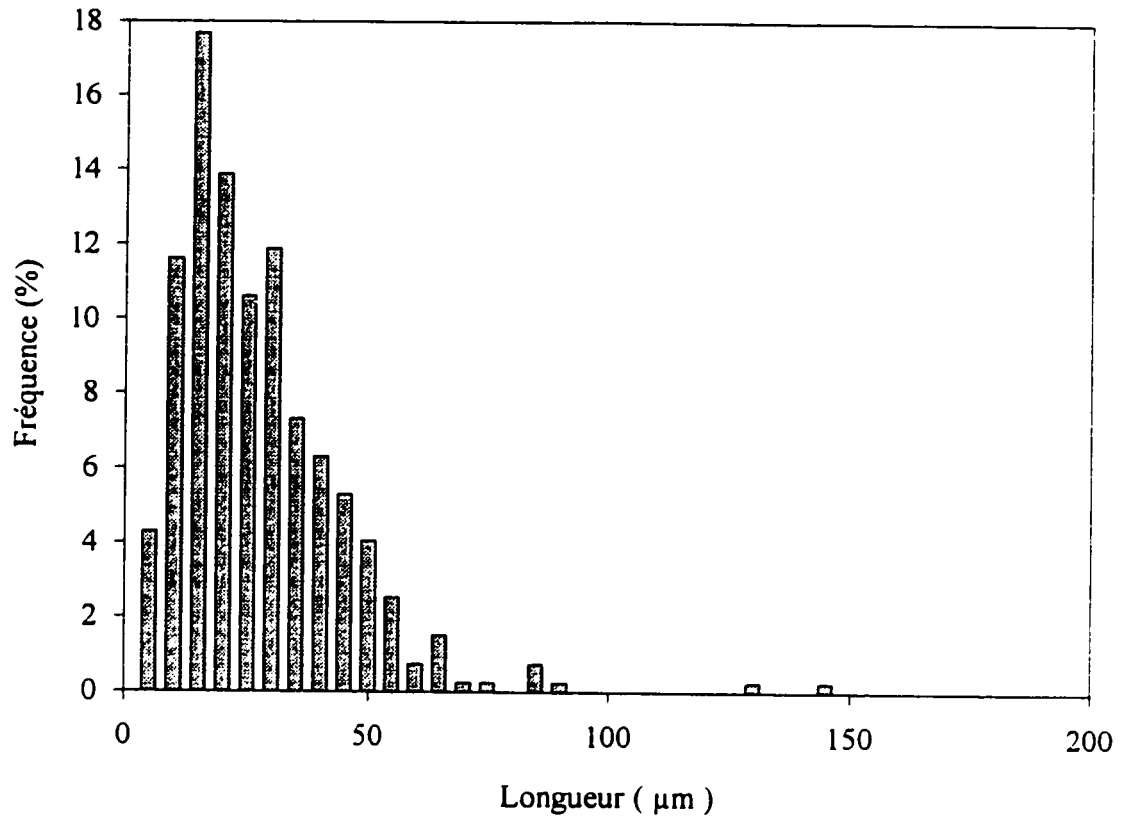


Figure 1.4 Distribution de longueur de fibres typique

1.4.1 Paramètres significatifs pour les essais sans traitement de surface sur les fibres

Le tableau 1.6 présente les paramètres (à effets principaux et d'interactions) qui se sont avérés statistiquement significatifs dans le cas des essais sans traitement de surface. Sur le tableau 1.6, on retrouve les demi-effets β qui représentent la variation par rapport à la moyenne de tous les essais lorsque ce paramètre passe de la modalité inférieure à la modalité supérieure. Par exemple, pour le paramètre 'concentration volumique' (paramètre O), le demi-effet β vaut 4.65 μm . Ceci signifie que pour tous les essais dont la modalité du paramètre concentration volumique est de

valeur inférieure (-), la dégradation est inférieure de 4.65 μm par rapport à la dégradation moyenne. La modalité inférieure (-) pour le paramètre concentration volumique (5% vol.) indique dans ce cas précis que la dégradation des fibres est moindre à faible concentration.

Tableau 1.6 Paramètres significatifs pour les essais sans traitement de surface de fibres

Paramètres	% de variabilité	Ratio F	Effets (μm)
O (Concentration volumique)	44.1	7.2	4.65
dh (interaction Taille initial des fibres VS Vitesse d'injection)	32.3	5.3	3.98
H (Vitesse d'injection)	23.6	3.9	3.40
Totaux	100.0		

Comme Ciannelli *et al.* l'avaient suggéré, une vitesse d'injection élevée accentue la dégradation. L'analyse statistique démontre bien que cet effet compte pour 23.6 % de la variabilité totale. L'interaction 'dh' nous indique que la dégradation des fibres longues est plus importante à vitesse d'injection élevée que les fibres courtes. Ce qui s'avère un résultat trivial mais suggère l'existence d'une longueur à laquelle les fibres ne se dégradent plus. Schweizer [11] avait d'ailleurs noté que la taille initiale des fibres n'avait pas d'incidence sur la distribution finale de longueur des fibres.

Le tableau 1.6 montre bien que l'effet de la concentration volumique est très important puisqu'il explique environ 44% de la dégradation totale des fibres parmi les paramètres jugés significatifs. Ceci est en accord avec la plupart des travaux antérieurs sauf ceux de Franzén *et al.* [9] et de

Turkovich et Erwin [12]. Ces derniers n'observaient pas de dégradation significative des fibres de verre dans une matrice polystyrène lorsque la concentration volumique en fibre passait de 1 à 20%. Toutefois, ces résultats provenaient d'expérimentations réalisées sur une extrudeuse et ils ne donnent aucune information sur la préparation des mélanges. Franzén *et al.* ont d'ailleurs noté qu'une préparation à partir de concentrés minimisait la dégradation.

L'augmentation de viscosité générée par la présence des fibres cause une interaction fibres/matrice importante. Les interactions fibres/fibres plus importantes à concentrations élevées sont aussi responsables de la dégradation. Cette étude ne permet pas de séparer quantitativement les effets dus aux interactions fibres/matrice des effets dus aux interactions fibres/fibres.

Pour corroborer le fait que nous sommes en présence d'une dégradation due à un effet pur de concentration lors de l'injection et non d'un effet de pré-mélange des échantillons, des distributions de longueurs de fibres ont été mesurées à trois endroits différents pour une même condition d'injection donnée (voir figure 1.2). Des distributions de longueurs ont donc été mesurées à la buse d'injection, au seuil d'injection et au centre du moule. Les résultats pour l'essai 4 (ayant une concentration de 5% vol. en fibre) ainsi que ceux de l'essai 10 (ayant une concentration de 15% vol. en fibres) possédant des conditions d'injections similaires sont présentés à la figure 1.5.

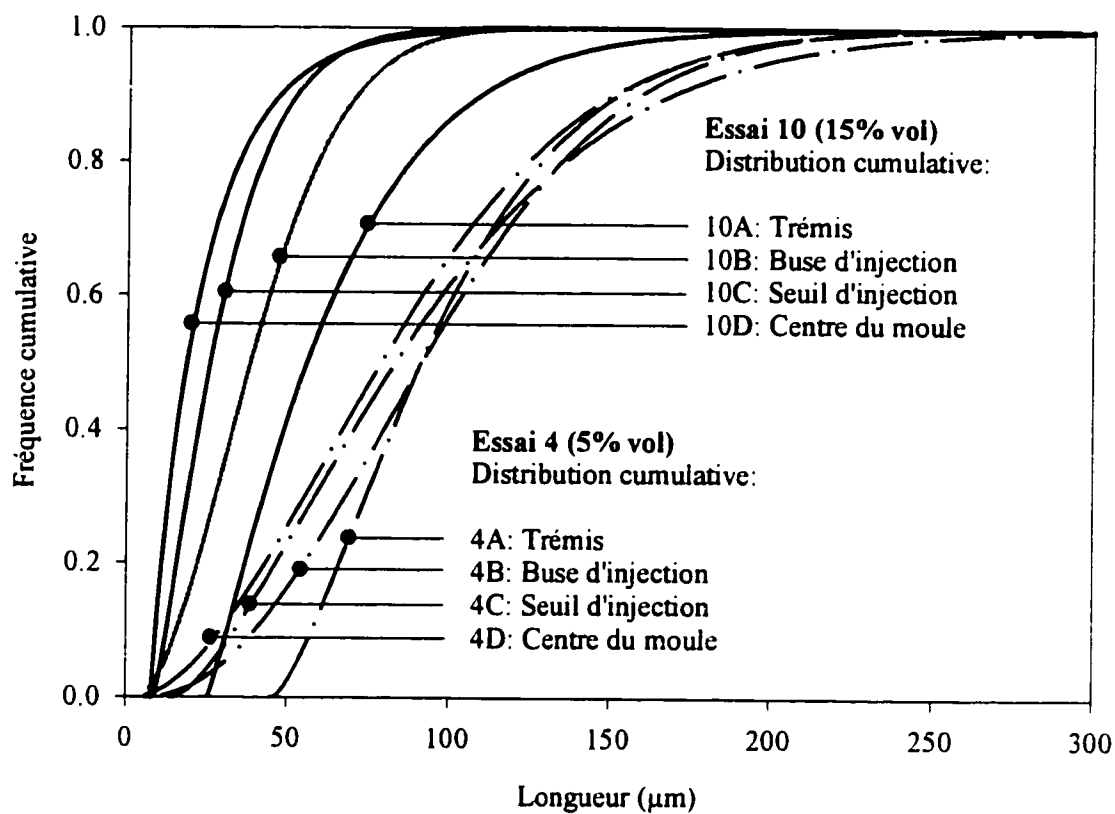


Figure 1.5 Variation de distributions de longueur de fibres pour les essais 4 et 10

On remarque que l'essai 4, possédant une longueur moyenne de fibre plus importante au départ, ne subit presque plus de dégradation de ses fibres à cause de sa faible concentration volumique. On peut pratiquement affirmer que pour l'essai 4, les fibres ne subissent aucune dégradation tout au long du processus d'injection (le chevauchement des courbes est dû à l'erreur expérimentale). Quant à l'essai 10, les fibres continuent à se dégrader de façon significative (baisse moyenne de 7 à 8 microns entre chaque point de mesure) même si la distribution initiale est beaucoup plus faible que celle de l'essai 4. L'effet de concentration est donc bel et bien visible.

La figure 1.3 donne un aperçu de l'endroit où la dégradation des fibres est la plus sévère. Le tableau 1.7 donne la proportion de la dégradation totale causée par chacune des étapes d'injection pour l'essai 10. La figure 1.2 représente les divers endroits où les mesures de dégradation ont été faits soit la buse d'injection (point 2 sur la figure 1.2), le seuil d'injection (point 3), le centre du moule (point 4) et la distribution à la trémis (point 1). L'essai 4 est difficilement utilisable pour évaluer l'endroit où il y a le plus de dégradation car la dégradation est minimale d'un point à l'autre.

Tableau 1.7 Évolution de la dégradation pour l'essai 10 (15% vol.)

Point de mesure	L_w (μm)	L_N (μm)	Variation cumulative (μm)	Fraction de la dégradation totale (%)
1) Trémis (initial)	88.9	66.3	0	0
2) Buse d'injection	61.5	43.4	22.9 (22.9)	55.2
3) Seuil d'injection	43.7	30.4	35.9 (13.0)	31.3
4) Centre du moule	40.5	24.8	41.5 (5.6)	13.5

L'essai 10 montre bien que 55% de la dégradation totale se produit à l'intérieur de la vis d'injection (comparable aux essais de Ehrhardt [10]). Du seuil d'injection au moule d'injection, la dégradation est faible et la longueur moyenne ne varie que de 5 à 7 microns. On doit toutefois prendre en considération que pour comparer l'effet du moule avec l'effet de la vis d'injection, on devrait s'assurer que la distribution de longueur en fibres soit la même à l'entrée de chacune de ces étapes. Ceci n'est évidemment pas le cas pour chacun de nos essais. De plus, les résultats

présentés antérieurement montrent un effet de la distribution initiale de longueur de fibres sur la dégradation.

1.4.2 Effets du traitement de surface sur la dégradation des fibres de verre

Les résultats obtenus à l'aide du plan expérimental secondaire (c.f. tableau 1.4) ont démontré que le traitement de surface des fibres n'a aucun effet significatif sur la dégradation des fibres de verre. La concentration volumique et la vitesse d'injection demeurent des effets ayant un impact significatif sur la dégradation tel que prévu par l'analyse du plan expérimental principal.

Ces résultats montrent qu'il n'y a pas lieu de croire que le traitement de surface des fibres augmentent leur résistance intrinsèque lors de leur incorporation à la matrice (dû à la mince couche de traitement ajoutée sur les fibres).

1.5 Modèle statistique/prédictif de la dégradation des fibres de verre

Le modèle statistique/prédictif présenté ici est basé sur les résultats obtenus à l'aide du plan expérimental principal puisque l'effet du traitement de surface des fibres s'est avéré négligeable sur la dégradation des fibres. C'est un modèle basé sur la loi des moindres carrés et dont les résidus sont distribués selon une loi normale de moyenne zéro et de variance σ^2 . Ce modèle statistique fut utilisé avec succès par Wang *et al.* [13] pour prédire la rugosité de la surface d'un

extrudat ainsi que par Barbosa et Kenny [14] pour prédire les propriétés d'un système polypropylène-fibres de verre.

L'équation de prédiction (2) est bâtie à l'aide des demi-effets provenant de deux paramètres significatifs à effets principaux (concentration volumique et vitesse d'injection) et du paramètre d'interaction (taille initial des fibres/vitesse d'injection). Les résultats présentés au tableau 1.6 peuvent être représentés par l'équation de prédiction suivante:

$$\left(L_n \right)_{Var.} = 15.4 + \beta_O \cdot \alpha_O + \beta_{dh} \cdot \alpha_{dh} + \beta_H \cdot \alpha_H \quad (2)$$

où le premier terme du côté droit est la moyenne obtenue de la dégradation pour tout les essais tandis que le coefficient devant chacun des paramètres est le demi-effet (ou contribution) de ceux-ci à la dégradation des fibres. Les paramètres O, H et dh prennent la valeur de +1 ou -1 selon l'essai en cours. La figure 1.6 montre la dégradation subie pour chacun des essais en la comparant avec la dégradation prédite par le modèle statistique.

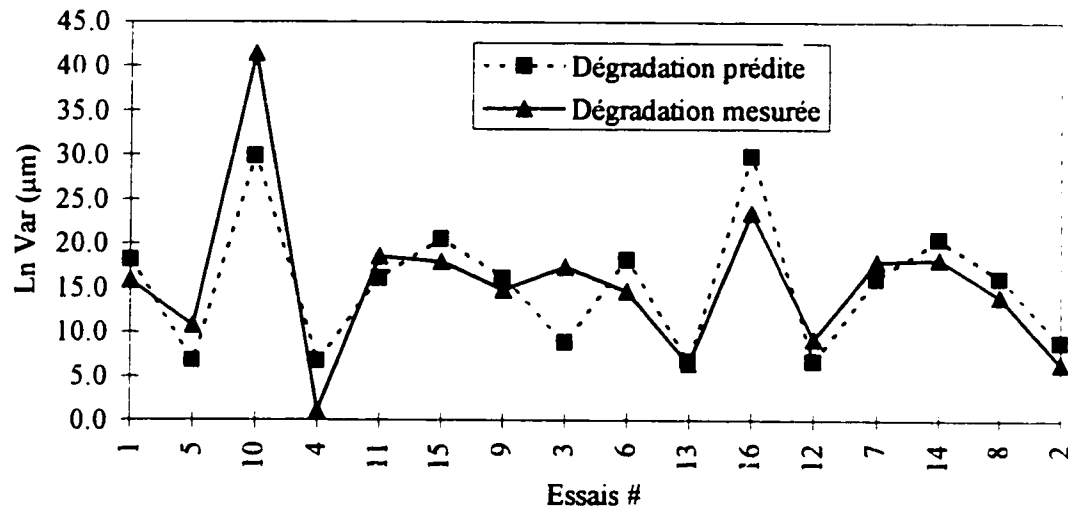


Figure 1.6 Comparaison des résultats expérimentaux de dégradation aux valeurs prédites par le modèle statistique

Le modèle statistique s'avère satisfaisant malgré le coefficient de corrélation faible ($r^2 = 0.84$). L'erreur de mesure se situe autour de $2\mu\text{m}$ pour chacune des distributions de longueur. La variable de réponse provient de deux mesures de distributions générant une erreur globale de 4 à $5\mu\text{m}$ sur la mesure de dégradation. Les erreurs de mesures correspondent à l'erreur moyenne commise par le modèle de prédiction. La section suivante présente de quelle manière le modèle de prédiction peut être utilisé pour générer une dégradation de fibres minimales lors du processus d'injection.

1.6 Configuration optimale minimisant la dégradation des fibres de verre

À l'intérieur des plages d'opération utilisées pour les besoins de cette étude, il est possible de déterminer une configuration optimale des paramètres générant une dégradation minimale des fibres de verre lorsqu'elles sont soumises au processus d'injection entre la trémie et le centre du moule.

Les modalités des paramètres jugés significatifs doivent prendre les valeurs ramenant la dégradation prédite le plus près de zéro. Le tableau 1.8 présente les modalités que doivent prendre ces paramètres si on désire minimiser la dégradation. Deux configurations optimales existent dues à la présence significative du paramètre d'interaction. La température du baril d'injection et du moule peuvent être réglées aléatoirement à l'intérieur de la plage d'étude puisqu'ils n'influencent pas la dégradation des fibres de manière significative.

Tableau 1.8 Configurations optimales prédites par le modèle de dégradation

Paramètres	Modalités	
	Configuration A	Configuration B
O - Concentration volumique	-	-
D - Taille initial des fibres	+	-
H - Vitesse d'injection	-	+
A - Température du baril d'injection	+/-	+/-
B - Température du moule	+/-	+/-
Dégradation mesurée	1 et 9 μm	6 et 11 μm
Dégradation prédite	6.7 μm	6.8 μm

Ces configurations optimum ont déjà été explorées (essais 4, 5, 12 et 13) par le biais du plan expérimental principal et confirme pour le moment que ces configurations minimisent la dégradation des fibres de verre. Afin de valider le modèle de prédiction, deux essais supplémentaires ont été réalisés en s'inspirant des modalités suggérées par les configurations minimisant la dégradation. Les résultats de ces essais supplémentaires sont reproduits au tableau 1.9.

Tableau 1.9 Validation du modèle statistique (essais supplémentaires)

Paramètres	Modalités/configuration	
	Essai # 33	Essai # 34
O - Concentration volumique	+	+
D - Taille initial des fibres	-	-
H - Vitesse d'injection	-	+
A - Température du baril d'injection	+	+
B - Température du moule	-	-
Dégradation mesurée	13 μm	3 μm
Dégradation prédite	8.9 μm	6.8 μm

Ces résultats montrent l'importance de bien contrôler les paramètres d'injections aussi simple que la vitesse d'injection et la concentration volumique. Les propriétés mécaniques étant fortement dépendantes de la longueur des fibres, il devient impératif de préserver au maximum la longueur originale des fibres tout au long du processus d'injection.

Le choix final de la configuration optimale est dicté par des considérations économiques. Il est préférable de mouler rapidement (vitesse d'injection élevée) , tout en maintenant l'intégrité des fibres, pour ainsi diminuer les coûts de production et rentabiliser les équipements de fabrication.

Le prochain chapitre montre comment les paramètres d'injection influencent les propriétés mécaniques. Il existe certainement un compromis entre la préservation de l'intégrité des fibres et les propriétés mécaniques recherchées.

CHAPITRE II

INFLUENCE DES PARAMÈTRES D'INJECTION SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN TENSION ET EN FLEXION

2.1 Introduction

L'ajout de fibres à l'intérieur de matrices thermoplastiques dans le but d'en augmenter leurs propriétés thermiques et mécaniques a été le sujet de nombreuses études. L'augmentation des cadences de production limite l'usage des fibres aux procédés d'extrusion (pultrusion) qui permettent d'obtenir des fibres continues et orientées dans les directions désirées et de préserver leur intégrité.

L'attrait des fibres courtes réside dans le fait qu'elles sont utilisables dans les procédés conventionnels de moulage par injection. L'inconvénient est que ce type de procédé est très dommageable pour les fibres et l'orientation générée dans la pièce finale est souvent aléatoire et/ou difficilement contrôlable.

L'étude de la dégradation des fibres de verre lors du moulage par injection ayant été effectuée au chapitre précédent, nous nous attarderons cette fois-ci aux comportements mécaniques des pièces moulées. Les paramètres responsables de la dégradation des fibres seront mis en relief avec ceux responsables de l'augmentation (ou diminution) de certaines propriétés mécaniques lorsque les échantillons sont soumis en tension ou en flexion. Une brève étude des phénomènes de décohésion fibre/matrice est menée par le biais d'essais de dilatométrie.

2.2 Revue de la littérature

La revue portera sur deux points principaux; dans un premier temps elle portera sur les modèles de prédiction des propriétés mécaniques et dans un second temps, elle portera sur les théories reliées à la dilatométrie.

2.2.1 Modèles de prédiction de propriétés mécaniques

Il existe un nombre très important de modèles permettant de prédire la plupart des constantes élastiques d'un composite renforcé de fibres ou d'additifs quelconques. Chamis et Sendeckyj [15] ont déjà répertorié à la fin des années '60 pas moins de 50 modèles permettant de prédire les propriétés thermoélastiques de composites à base de fibres. La prédiction du module élastique en tension est toutefois le paramètre le plus souvent étudié.

2.2.1.1 Modèles empiriques

Le modèle le plus naturel venant à l'esprit est la loi de mélange que l'on exprime par l'équation (3). Les hypothèses que l'on doit poser pour que cette équation soit valide est que la matrice et la fibre sont toutes deux élastiques et que la fibre soit continue et parfaitement alignée dans l'axe de traction.

$$E_c^T = E_f^T \cdot \phi_f + E_m^T \cdot (1 - \phi_f) \quad (3)$$

Il est aussi naturel de penser que la résistance utile d'une fibre ne peut être utilisée à 100% dû entre autres aux phénomènes de mauvaises adhésion fibre-matrice, des effets de concentrations de contraintes en bouts de fibres, de l'orientation des fibres etc. Un paramètre nommé *capacité de transfert de la fibre* (K) modifie la loi de mélange précédente et tient compte de la longueur des fibres, de l'agent de couplage et même de leur orientation. L'équation (4) représente cette loi de mélange modifiée.

$$E_c^T = K \cdot E_f^T \cdot \phi_f + E_m^T \cdot (1 - \phi_f) \quad (4)$$

Cox [16] a proposé des valeurs de K pour le modèle précédent tenant compte de l'orientation globale des fibres. Pour le cas de fibres orientées aléatoirement dans un même plan, ce facteur prend la valeur 1/3. Dans le cas des fibres orientées aléatoirement en 3D, ce facteur prend la valeur 1/6. Pour des fibres parfaitement alignées, ce facteur prend 1 comme valeur

Halpin [17] propose pour le module axial un modèle ne tenant compte que du facteur de forme L/D de la fibre et de la fraction volumique en fibre. Il pose toutefois l'hypothèse que toutes les fibres doivent être orientées parallèlement à l'axe de traction. L'équation (5) représente le modèle de Halpin.

$$E_c^T = \frac{E_m^T \left\{ E_f^T + 2 \cdot a_f \left[E_m^T + (E_f^T - E_m^T) \cdot \phi_f \right] \right\}}{\left[E_f^T + 2 \cdot a_f \cdot E_m^T - (E_f^T - E_m^T) \cdot \phi_f \right]} \quad (5)$$

Kelly et Tyson [18] ont introduit le concept de longueur critique de fibres en proposant un modèle où la fibre permet un transfert linéaire de la contrainte partant du bout de la fibre jusqu'à un maximum atteint lorsque la déformation de la fibre est le même que celui de la matrice.

La longueur critique de fibres est définie comme étant la longueur nécessaire à la fibre pour que la contrainte supportée par la fibre soit égale à sa contrainte de rupture (équation (6)). Si la longueur des fibres est inférieure à la longueur critique, la contrainte moyenne supportée par la fibre lors de la rupture du composite est donnée par l'équation (7). Les capacités renforçantes des fibres très courtes ne seront pas exploitées car il y aura déchaussement des fibres avant la rupture du composite. Lorsque la longueur des fibres est supérieure à la longueur critique, la contrainte moyenne supportée par la fibre est donnée par l'équation (8). Ce modèle donnait de bons résultats pour des matrices métalliques et des matrices polymérique [19, 20, 21]. Ce modèle est aussi repris par plusieurs auteurs pour déterminer la contrainte en cisaillement à l'interface fibre/matrice [22-25]

$$L_f^* = \frac{\sigma_f^R \cdot r}{\tau} = \frac{E_f^T \cdot \epsilon_c^R \cdot r}{\tau} \quad (6)$$

$$\overline{\sigma_f} = \frac{L_f \cdot \tau}{2 \cdot r} \quad (7)$$

$$\overline{\sigma_f} = E_f^T \cdot \epsilon_c \left(1 - \frac{E_f^T \cdot \epsilon_c \cdot r}{2 \cdot L_f \cdot \tau} \right) \quad (8)$$

Bowyer et Bader [26] ont utilisé ces dernières relations en tenant compte de la distribution de longueur de fibre et de la longueur critique de fibres qui évolue avec la déformation. A faible déformation, toutes les fibres participeront à la charge renforçante telle que donnée par l'équation (8) puisque ϵ_c sera faible. La charge supportée sera donc toujours supérieure à $\frac{1}{2}E_F\epsilon_c$. À haut taux de déformation, ϵ_c devient plus grand et moins de fibres peuvent participer à la charge renforçante qui sera maintenant donnée par l'équation (7) qui est toujours inférieur à $\frac{1}{2}E_F\epsilon_c$.

Fu et Lauke [27] ont aussi utilisé les principes de longueur critique de Kelly et Tyson et les ont appliqué à une équation modifiée de loi de mélange à deux paramètres. Leur modèle permet de prédire la contrainte à la rupture à l'aide d'une fonction de distribution de la longueur des fibres (χ_1) et d'une fonction de distribution de l'orientation des fibres (χ_2). Leur modèle est simplement représenté par l'équation (9). L'originalité de ce modèle réside dans le fait que la contrainte supportée par la fibre sera aussi fonction de l'orientation de celle-ci par rapport à l'axe de traction. Leurs principaux résultats démontrent que la contrainte de rupture augmente rapidement avec l'augmentation de la longueur moyenne en fibres se situant sous la longueur de fibre critique pour finalement atteindre un plateau pour les longueurs moyennes largement supérieures à la longueur critique. Ils ont montré que plus la valeur de L_c est basse (adhésion fibres-matrice de plus en plus parfaite), plus la contrainte à la rupture sera élevée pour une même longueur moyenne donnée. En fait, si le ratio L_N/L_F^* est le même pour un système donné, la contrainte à la rupture ne devrait pas varier.

$$\sigma_c = \chi_1 \chi_2 \phi_f \sigma_f + \phi_m \sigma_m \quad (9)$$

Chen et Cheng [28] proposent un modèle dérivé de l'étude des laminés mais adapté aux fibres courtes ayant une orientation aléatoire et un ratio L/D donné pour les fibres. Leur fonction d'orientation est simplement une loi exponentielle représentée par l'équation (10). Le facteur λ représente le degré d'orientation, un λ élevé représente un matériau hautement orienté et un λ très faible tend à représenter un matériau quasi-isotropique. L'écart entre les prédictions de leur modèle et les résultats expérimentaux de Choy *et al.* [29] pour du PPS chargé à 30 et à 40% de fibres de carbone est de l'ordre de 5 à 10% pour le module en tension (E_{11}). Leurs résultats tendent à montrer que le facteur de forme L/D des fibres et la fonction de distribution d'orientation des fibres ont un effet plus significatifs sur le module en tension que la fraction volumique en fibres (dans la plage d'expérimentation).

$$F(\theta) = 1 - e^{(-\lambda\theta)} \quad (10)$$

2.2.1.2 Modèles micromécaniques

Les modèles de prédiction micromécaniques sont en plein développement et font appel à la microstructure du composite tant au niveau de la distribution de contraintes à l'intérieur du composite qu'au niveau de la distribution de la contrainte de cisaillement tout au long de la fibre à l'interface fibre/matrice. Les modèles micromécaniques permettent non seulement de prédire des constantes élastiques mais aussi les contraintes auxquelles la fibre se détache de la matrice. Ils ont l'avantage de pouvoir représenter la courbe contrainte-déformation en entier.

Subramanian [30] a développé un modèle micromécanique permettant de prédire la décohésion des fibres ainsi que les propriétés mécaniques en tension d'un système à matrice métallique. Son critère de décohésion est basé sur la contrainte de cisaillement à l'interface, la décohésion débute lorsque cette contrainte dépasse la contrainte maximum que peut supporter l'interface fibre/matrice.

Whitney [31] a élaboré un modèle permettant de prédire les constantes élastiques d'un composite chargé de fibres courtes unidirectionnelles. Son modèle a l'avantage de tenir compte de l'effet de la distance entre chacune des fibres. Les éléments types sont constitués de 3 phases tel que représenté à la figure 2.1 et dont les caractéristiques de la fibre sont maintenant remplacées par les caractéristiques du composite.

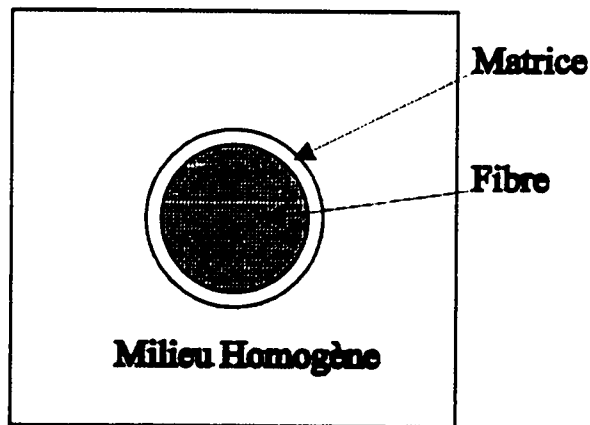


Figure 2.1 Modèle à 3 phases de Whitney [31]

Carroll et Dharani [33] ont étudié l'effet de la décohésion des fibres courtes sur la dégradation du module en tension. À l'aide de leur modèle micromécanique, ils ont déterminé que pour une même fraction de fibres détachée de la matrice, la perte du module élastique est beaucoup plus importante si on considère une décohésion partant du bout de la fibre jusqu'au centre de celle-ci plutôt qu'une décohésion partielle localisée en divers endroits sur la fibre.

Wong et Ait-Kadi [34] ont montré que les modèles micromécaniques basés sur des solutions élastiques linéaires ne sont pas adéquats pour prédire les propriétés mécaniques des composites dont la matrice a un comportement non linéaire (i.e. matrice ductile). Récemment, ces mêmes auteurs ont élaboré un modèle micromécanique tenant compte de la non-linéarité de la matrice et en incorporant un critère de décohésion des particules de la matrice qui est fonction de la taille des particules [35].

Carman et Reifsnider [32] proposent un modèle micromécanique très versatile. Leur modèle permet de tenir compte de l'effet de bout des fibres. Leur modèle est une version hybride entre la solution élastique linéaire d'un système fibre/matrice à cylindres concentriques, couplée avec une solution approximative du modèle classique *Shear-Lag*. Leur modèle est aussi facilement utilisable avec une distribution de longueur de fibres ainsi qu'une distribution d'orientation des fibres.

Le modèle de Carman et Reifsnider a été repris dernièrement par Meddad *et al.* [73] avec quelques modifications. Le but de ce modèle est de déterminer la réponse en contrainte du composite lorsqu'il est soumis à une déformation ϵ . Meddad *et al.* ont pris en considération l'interaction fibre-fibre qui devient de plus en plus importante lorsque la concentration

volumique en fibre augmente. Le champ de contrainte généré par l'interface fibre-matrice commence à interférer avec le champ de contrainte généré par les interactions fibre-fibre. L'hypothèse généralement posée est un arrangement hexagonal des fibres lorsqu'elles sont alignées de manière unidirectionnelle. En supposant que la contribution d'une fibre au renfort du composite est proportionnelle à sa surface, la surface couverte sera égale à ϕ^2 et la surface disponible pour transmettre la contrainte vers la fibre sera proportionnelle à $\phi(1-\phi^2)$. La contrainte globale à l'intérieur du composite est donc la somme des contributions provenant de la matrice et des fibres (la solution provenant des fibres tient compte de l'orientation et de la longueur des fibres ainsi que des interactions fibre/fibre).

2.2.2 Mesures dilatométriques

Les tests de dilatométrie sont généralement employés pour des systèmes comportant des charges plaquétaires ou sphériques. L'interprétation des résultats pour les charges sphériques est plus facile que les tests de dilatométrie effectuée avec des fibres. Les composites chargés d'additifs sphériques ont un comportement isotrope, ce qui implique que la déformation est identique sur les 3 faces du composite. Ceci est rarement le cas pour les composites chargés de fibres qui, dû à leur orientation aléatoire, ne donnent pas un comportement isotrope aux composites. L'hypothèse d'un comportement isotrope est souvent associée à ce type de composite menant inévitablement à une simple approximation des phénomènes de décohésion. Les mesures simultanées de la déformation axiale et des deux contractions latérales est difficile étant donné l'espace restreint disponible pour les mesures sur l'échantillon même. Les mesures dilatométriques par déplacement d'eau sont donc privilégiées [36].

2.2.3 Déformation à caractère isotrope

La théorie du changement de volume lors d'un essai de traction est très bien documentée par Naqui et Robinson [37] et Heikens *et al.* [38]. Ces deux derniers auteurs proposent des théories permettant de déterminer les différents types de mécanisme de déformation lors d'un essai de traction. Les travaux de Naqui et Robinson permettent de séparer de façon plus ou moins précise les différents types de mécanismes de déformation d'un matériau composite. Les travaux de Heikens *et al.* [38] permettent quant à eux d'évaluer séparément les contributions de chaque type de déformation (mécanisme déviatorique, mécanisme par cavitation et mécanisme dilatationnel) en supposant que la déformation est homogène dans tout le composite. Leurs théories sont employées pour déterminer les points de décohésion fibre-matrice lors des tests de traction présentés à une section ultérieure du présent mémoire.

Le mécanisme déviatorique est relié directement aux déformations par bande de cisaillement, le mécanisme par cavitation correspond aux déformations avec créations de vide (*crazing*) et le mécanisme dilatationnel est relié à la déformation élastique.

Pukansky *et al.* [39] ont utilisé la technique de dilatométrie avec extensiomètre et ils ont associés le point de décohésion au point du seuil d'écoulement (début de la striction) sur la courbe de traction pour un système PP + CaCO₃.

Quelques auteurs se sont penchés sur l'effet du taux d'allongement sur les mécanismes de déformation. Maxwell *et al.* [40] ont observé qualitativement que les mécanismes de déformation par cavitation et bandes de cisaillement sont sensibles au taux d'allongement. Pour

un système PC/PE, la déformation par microvides était amplifiée par une augmentation du taux d'allongement. Toutefois, pour leur mélange PXE/HIPS, le point d'initiation de la cavitation était retardé avec l'augmentation de la vitesse d'allongement.

L'effet du niveau de charge a été étudié entre autres par Maiti *et al.* [41] sur un système PP-talc. L'augmentation du module d'Young avec le niveau de charge est attribuée à la mobilité des chaînes restreintes par le talc. La baisse de cristallinité couplée à des concentrations de contraintes autour des particules expliquerait la baisse de la contrainte au seuil avec l'augmentation du niveau de charge.

2.2.4 Déformation à caractère orthotrope

Termonia *et al.* [42] présentent un modèle capable de prédire la déformation à laquelle le mécanisme de déformation passe du mode élastique au mode cavitation. C'est un modèle qui est valide pour un système avec fibres. Ce modèle a toutefois l'inconvénient de ne prédire ce point qu'à des taux de déformation élevés.

Agbossou *et al.* [43] ont étudié le système PP-fibres de verre à des taux d'allongement très élevés (de 5 mm/min à 16 m/s). Seuls des changements notables des propriétés en tension ont pu être observés lorsque le taux d'allongement était très élevé. La contrainte à la rupture augmente de 150% lorsque le taux d'allongement augmente d'un facteur 4000 par rapport à un taux de déformation faible.

2.2.5 Théories reliées à la dilatométrie

Les principes théoriques énoncés ci-après sont basés sur les travaux de Naqui et Robinson [38] ainsi que ceux de Heikens et al. [38]. Les tests de dilatométrie permettent de mesurer le changement de volume subit par l'échantillon de la façon suivante:

$$\left(\frac{\Delta V}{V_o}\right) = (1 + \varepsilon_A) \cdot (1 + \varepsilon_T)^2 - 1 \quad (11)$$

La déformation volumique peut être associée à 4 phénomènes de déformation distincts. Ces phénomènes sont:

- 1) la cavitation causée par la décohésion fibre-matrice;
- 2) la cavitation causée par la matrice elle-même (*crazing*);
- 3) la déformation par bande de cisaillement de la matrice (*shear-banding*) et
- 4) la déformation élastique de la matrice.

L'équation (12) représente mathématiquement tout ces phénomènes.

$$\left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_c = \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_c^{cav.} + \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{cav.} + \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{b.as.} + \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{elas.} \quad (12)$$

Ainsi, pour obtenir le point de décohésion du composite via le changement de volume du composite, il suffit de soustraire les changements de volume associés à la matrice à ceux associés au changement de volume du composite. De cette façon, on obtient l'équation (13).

L'hypothèse qu'on doit alors poser est que la déformation de la matrice dans un état pur et sous forme composite est la même. Cette dernière affirmation est plausible pour les faibles taux de chargement en fibre où les interactions fibre-fibre sont négligeables. Des phénomènes de déformation plus complexes entrent en ligne de jeu pour les systèmes à haut taux de chargement en fibres. Une correction est aussi appliquée pour tenir compte du fait que la matrice pure est en présence moins importante dans le composite. La fraction volumique de matrice pure viendra donc corriger le changement de volume associé à la matrice pure lors des calculs associés aux changements de volume du composite tel que décrit par l'équation (14).

$$\left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_c^{cav.} = \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_c - \left[\left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{cav.} + \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{b.cis.} + \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{elas.} \right] \quad (13)$$

$$\left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_c^{cav.} = \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_c - \phi_m \left[\left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{cav.} + \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{b.cis.} + \left(\frac{\Delta V}{V_o}\right)_m^{elas.} \right] \quad (14)$$

Quoique ces équations soient inexactes pour caractériser précisément le point de décohésion d'un composite chargé de fibres, elles permettront de mettre en relief l'efficacité d'un traitement de surface de fibres versus des fibres non traitées ainsi que l'effet du niveau de charge en fibres sur le point de décohésion. Le point de décohésion est défini comme étant l'allongement du composite où le changement de volume par cavitation du composite commence à faire son apparition.

2.3 Méthodologie

Les plans expérimentaux présentés au chapitre précédent seront de nouveau employés dans le cadre de cette étude. Le plan principal est un plan de Taguchi orthogonal à 16 essais comportant 5 paramètres et dont les effets d'interaction peuvent être séparés des effets principaux. Le plan secondaire tenant compte du traitement de surface des fibres est aussi un plan de Taguchi orthogonal à 8 essais mais comportant 3 paramètres. Les paramètres à l'étude sont toujours les suivants:

- la température d'injection (paramètre A);
- la température du moule (paramètre B);
- la vitesse d'injection (paramètre D);
- la taille initiale des fibres de verres (paramètre H);
- la concentration volumique en fibres (paramètre O) et
- le traitement de surface (paramètre S).

Les variables de réponses sont maintenant:

- le module en tension (E^T_c);
- la contrainte à la rupture (σ^T_c) et
- le module en flexion (E_{flex}).

Les propriétés en tension sont déterminées à l'aide d'un appareil universel de traction *Instron JMK30*. Les mesures de dilatométrie (changement de volume) sont effectuées grâce à un extensiomètre axial (*MTS 638.13C* ayant une extension initiale de 10 mm) et d'un extensiomètre latéral (*Instron* modèle 1244 ayant une course totale de 0.5 mm). L'extensiomètre latéral mesure

l'allongement de l'échantillon et envoie un signal (voltage) à un convertisseur qui jumèle ce dernier aux signaux fournis par l'extensiomètre axial ainsi que celui fourni par la cellule de charge. Un échantillonnage aux 200 ms de ce signal est par la suite transmis à un logiciel d'acquisition de données.

Les échantillons à l'étude sont moulés par injection sur une presse à injection de 68 tonnes de la compagnie *Nissei* dans un moule de dimension standard à la norme ASTM D638M (Type M-II). La vitesse de traction est fixée à 1 mm/min tel que suggéré par la norme. La concentration réelle en fibre est déterminée par analyse thermogravimétrique (TGA).

Les propriétés en flexion 3 points (ASTM D790) sont déterminées sur le même appareil de traction *JMK30*. Le déplacement de la traverse (du museau) est utilisé comme signal de déformation de l'échantillon. Ce signal couplé au signal de la cellule de charge est envoyé à un logiciel d'acquisition de données.

2.4 Résultats

Cette section présente les principaux résultats associés aux essais mécaniques (traction et flexion) qui permettent de valider les modèles de la littérature et de déterminer à l'aide du plan expérimental de Taguchi les paramètres d'injection responsable de l'augmentation ou de la diminution des propriétés mécaniques à l'étude.

2.4.1 Orientation des fibres

Le type de moule utilisé lors de la préparation des échantillons a généré une orientation préférentielle des fibres dans le sens de l'injection au centre du moule. Les fibres sont unidirectionnelles et alignées selon l'axe de sollicitation. Tous les essais effectués dans le cadre de notre étude ont démontré une orientation préférentielle selon l'axe de sollicitation et ce sans aucun phénomène coeur-peau.

Certaines conditions d'injection spécifiques peuvent générer un phénomène coeur-peau. Ce type de phénomène est causé par un refroidissement rapide de la matière injectée à la paroi du moule pendant l'injection. La pièce finale comporte alors une morphologie (orientation des fibres) qui sera fonction de l'épaisseur de la pièce. La figure 2.2 tirée de Darlington et McGinley [44] démontre la morphologie coeur-peau que l'on peut retrouver à l'intérieur d'une pièce moulée par injection. Une morphologie coeur-peau est facilement identifiable dans le cas de matériaux composites par une variation soudaine de l'orientation des fibres.

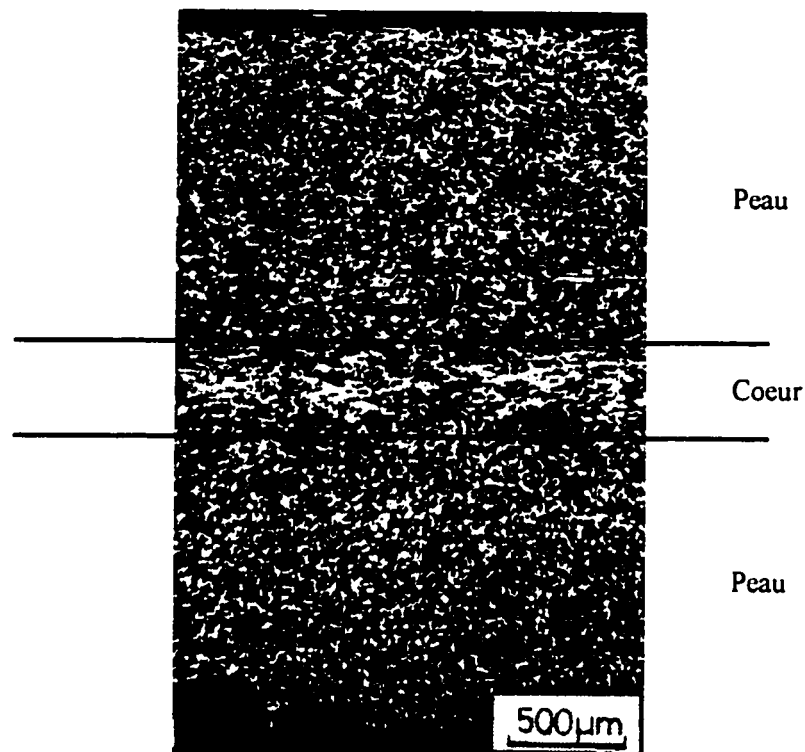


Figure 2.2 Morphologie coeur-peau obtenu lors du moulage par injection, coupe perpendiculaire à l'écoulement obtenu par CMR (tiré de Darlington et McGinley [44])

Sanou et al. [45] , pour un système polystyrène-fibres de verre, ont démontré l'influence de l'épaisseur du moule sur l'orientation des fibres. Ils montrent que pour une épaisseur de moule allant de 1 à 3 mm, les fibres sont parfaitement alignées selon l'axe d'écoulement de la résine et ce sur toute l'épaisseur de la pièce. La figure 2.3, tiré de Sanou et al.[45], présente les résultats qu'ils ont obtenus pour un système polypropylène-fibres de verre chargé à 40%. Leurs résultats sont en accord avec ceux que nous obtenons.

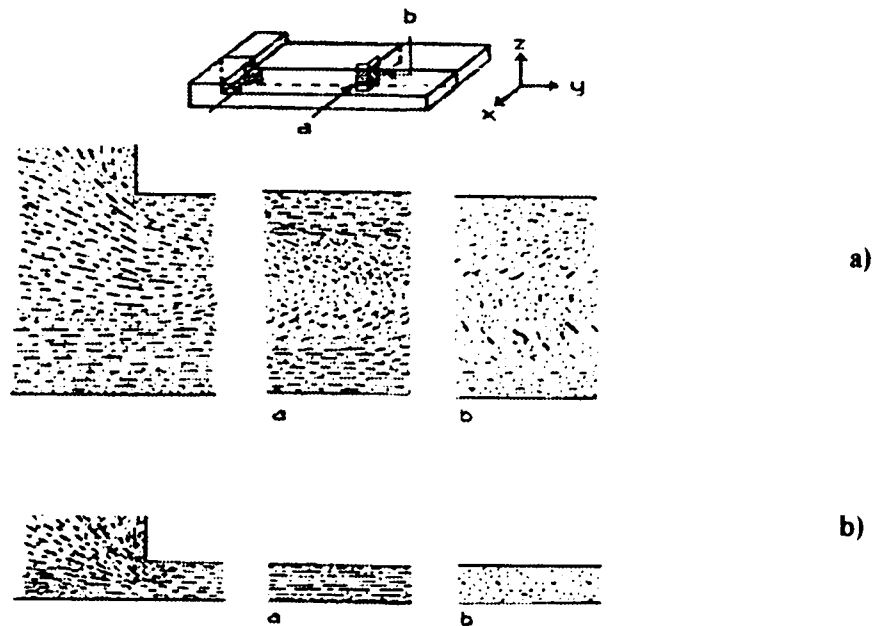


Figure 2.3 Orientation des fibres telle qu'observée sur des plans de coupe parallèle et perpendiculaire à l'écoulement pour du PP chargé à 40% de fibres pour 2 moules d'épaisseurs différente, (a) 5.08 mm et (b) 1.00 mm (tiré de Sanou et al. [45]).

2.4.2 Essais de traction

Les tests de traction ont démontré une forte influence de la concentration volumique en fibres sur les deux variables en tension à l'étude soient: le module d'élasticité (E_{11}) et la contrainte à la rupture. L'annexe D présente tous les résultats bruts pour les 16 essais mécaniques du plan expérimental principal accompagnés des calculs statistiques qui s'y rattachent. L'allure des

courbes contraintes-déformations pour les essais chargés sont semblables peu importe si l'échantillon est chargé à 5 ou à 15% volumique en fibre. La courbe (figure 2.4) comporte une première zone (Zone A) purement élastique où sensiblement toutes les fibres participent au renfort de la matrice. Cette section de la courbe est suivie d'une seconde zone (Zone B) où les fibres commencent à se détacher de la matrice (cavitation) entraînant une perte en module importante. La dernière zone (Zone C) mène jusqu'à la rupture de l'échantillon mais de façon graduelle puisque la propagation des fissures menant à la rupture des échantillons est maintenant stoppée par les différentes cavités causés par les fibres qui se sont détachés de la matrice.

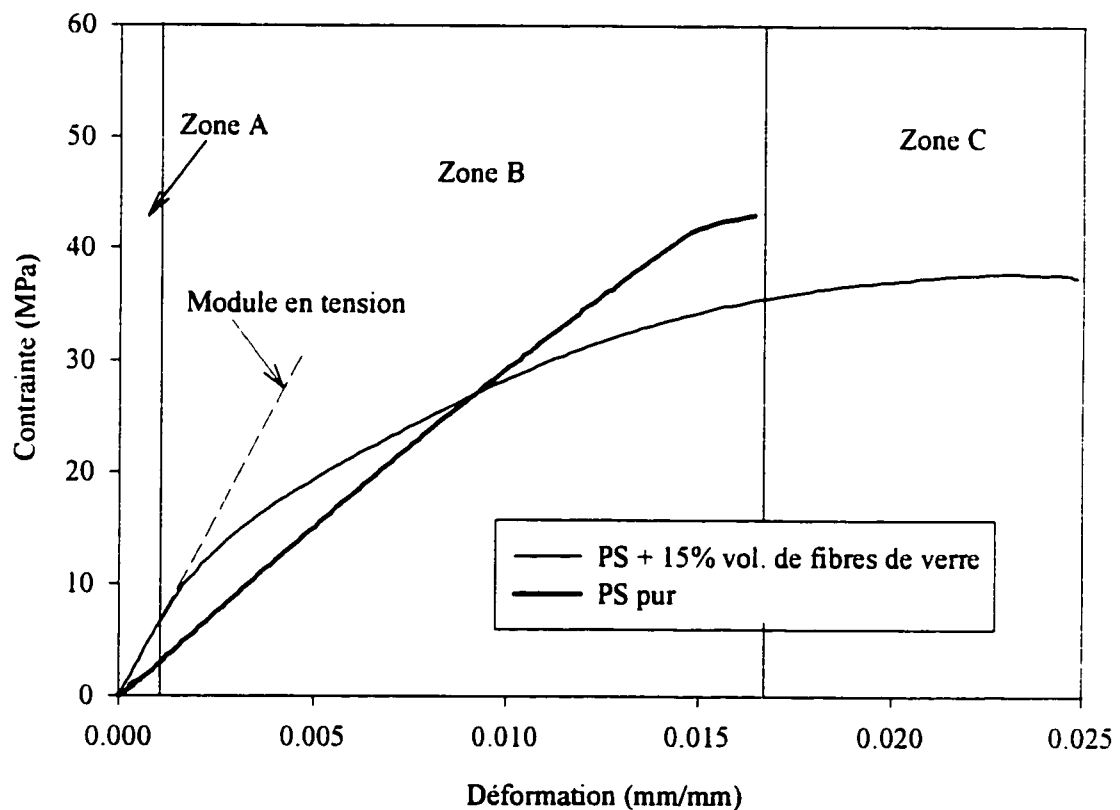


Figure 2.4 Courbe contrainte-déformation typique pour un PS-fibre de verre

2.4.2.1 Analyse statistique des résultats obtenus en tension

L'analyse statistique permet de déterminer avec un certain degré de confiance les paramètres d'injection responsable de l'augmentation ou de la diminution d'une variable de réponse. Les variables de réponses sont en l'occurrence le module d'élasticité et la contrainte à la rupture. Le plan expérimental présenté au chapitre 1 est repris ici. Les tableaux 2.1 et 2.2 mettent en évidence les paramètres d'injection ayant une incidence significative sur la variabilité du module d'élasticité et de la contrainte à la rupture. Chacun des paramètres significatifs est accompagné de leur effet sur les paramètres de traction. Ces effets permettent de bâtir un modèle statistique capable de prédire les variables de réponse. Rappelons que l'effet est la valeur que prend la variable de réponse (module en tension ou contrainte à la rupture) par rapport à la moyenne de tous les essais lorsque le paramètre passe de la modalité inférieure à la modalité supérieure.

Tableau 2.1 Paramètres significatifs pour le module d'élasticité

Contrastes significatifs	% variabilité	Ratio F	Effet
O Concentration volumique en fibres	83.0	1398.1	0.79 GPa
do Interaction Taille initiale des fibres et Concentration volumique en fibre	8.2	138.0	- 0.25 GPa
D Taille initial des fibres	4.6	78.3	- 0.19 GPa
A Température de la vis d'injection	4.2	70.3	- 0.18 GPa

Tableau 2.2 Paramètres significatifs pour la contrainte à la rupture

Contrastes Significatifs	% variabilité	Ratio F	Effet
O Concentration volumique en fibres	75.1	3840	-4.01 MPa
H Vitesse d'injection	10.8	553.5	- 1.52 MPa
A Température de la vis d'injection	9.2	468.7	- 1.40 MPa
D Taille initial des fibres	4.9	250.4	1.02 MPa

En résumé, le niveau de charge en fibres a un effet significatif sur tous les paramètres à l'étude puisqu'il explique environ 83% de la variabilité pour le module en tension et 75% de la variabilité pour la contrainte à la rupture. En effet, en augmentant la charge en fibres, celle-ci a pour effet d'en augmenter le module d'élasticité mais de diminuer la contrainte à la rupture.

On peut interpréter les résultats obtenus en se basant sur la dégradation des fibres et sur les contraintes internes induites à même l'échantillon lors de l'injection. On ne peut interpréter ces résultats sur la base d'une morphologie évolutive dans l'épaisseur de la pièce puisqu'aucun phénomène coeur-peau n'a été observé pour tous les essais.

La variation du module en tension peut être entièrement expliquée par l'augmentation de la charge volumique en fibre. Comme Akay et Barkley [8] l'avait spéculé, plus il y a de fibres disponibles aux renforts de la pièce, plus son module sera élevé. Parmi les 4 autres paramètres significatifs (17% de la variabilité totale), on remarque qu'une faible température d'injection a une incidence positive sur le module en tension mais négative sur la contrainte à la rupture (voir tableaux 2.1 et 2.2).

L'augmentation de viscosité générée par une température d'injection faible produit des contraintes plus importantes sur la pièce moulée lors de l'injection. Ceci a pour effet de rigidifier le matériau composite (augmentation du module en tension) mais créant en contrepartie des contraintes résiduelles plus importantes. Ces contraintes sont relâchées graduellement lors des essais en tension créant une rupture prématurée de l'échantillon.

L'analyse statistique montre qu'une taille de fibre initialement faible au début de l'injection a tendance à favoriser l'augmentation du module en tension. Ce résultat statistique plutôt étrange et contraire aux théories existantes est facilement explicable par le fait qu'il ne s'agit pas ici de l'effet d'une distribution finale des fibres mais bien de la distribution initiale à la trémiss. Ce résultat est donc biaisé par la dégradation des fibres lors du processus d'injection. Il faut noter que l'effet est relativement faible sur la baisse du module en tension. L'effet de la taille initiale des fibres sur la contrainte à la rupture concorde toutefois avec la théorie, une longueur élevée des fibres augmentent la contrainte à la rupture. Pour valider les résultats fournis par l'analyse statistique, la figure 2.5 montre l'évolution du module en tension et de la contrainte à la rupture en fonction de la longueur moyenne des fibres au centre du moule.

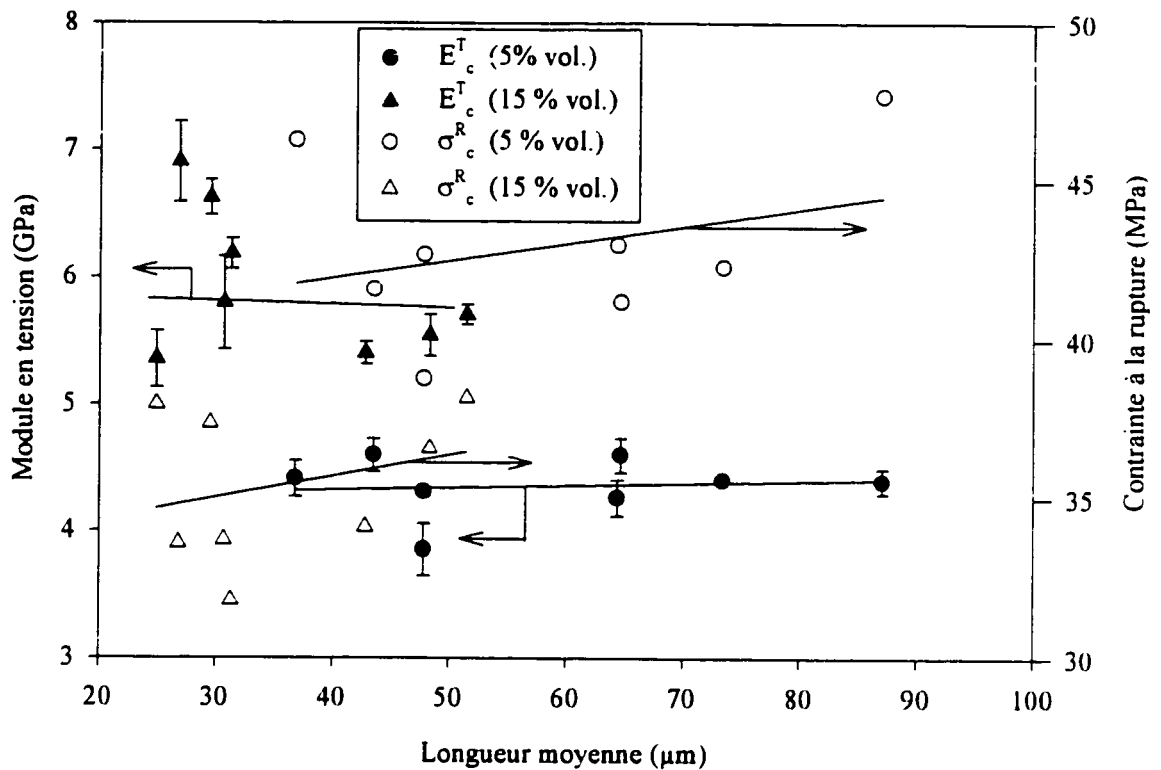


Figure 2.5 Évolution du module en tension et de la contrainte à la rupture en fonction de la longueur moyenne des fibres.

Comme Fu et Lauke [27] l'ont observé, il semble y avoir une tendance entre la contrainte à la rupture la longueur moyenne des fibres. La contrainte à la rupture à chargement élevé est moindre dû à la génération plus importante de microfissures en bout de fibres, ce qui a pour conséquence de diminuer la capacité renforçante effective des fibres. Il est encore tôt pour dire qu'il y a une incidence sans équivoque de la longueur moyenne des fibres sur la contrainte à la rupture dans notre cas. Il ne faut pas oublier que les conditions d'injection ne sont pas les mêmes pour tous les essais mais la tendance semble quand même être là.

Pour l'évolution du module sécant avec la longueur moyenne des fibres, les résultats sont cohérents avec ceux de la littérature comme l'avait observé Akay et Barklay [8]. La longueur des fibres n'a pas d'influence sur le module d'élasticité et ce peu importe la charge volumique en fibres. Seul le niveau de charge volumique a un effet notable sur le module d'élasticité.

2.4.2.2 Effets du traitement de surface sur les propriétés mécaniques en tension

À l'instar de l'étude portant sur la dégradation des fibres lors du moulage, l'effet du traitement de surface sur les propriétés mécaniques a été étudié à l'aide du plan expérimental secondaire. Le tableau 2.3 présente les résultats de l'analyse statistique pour les 3 paramètres à l'étude soient: la concentration volumique, la vitesse d'injection et le traitement de surface.

Tableau 2.3 Analyse statistique avec effet du traitement de surface (module d'élasticité)

Contrastes	% variabilité	Ratio F	Effet
O Concentration volumique en fibres	99.32	72.68	1.180 GPa
H Vitesse d'injection*	0.63	0.46	0.094 GPa
S Traitement de surface*	0.05	0.04	0.026 GPa

* Non significatif

Le traitement de surface sur les fibres à deux fonctions principales soient d'améliorer l'adhésion fibre-matrice et de protéger les fibres des attaques d'humidité qu'elles pourraient subir lors de l'entreposage. Ces résultats montrent qu'il n'y a pas lieu de croire que le traitement de surface des fibres augmentent le module d'élasticité de manière significative.

Le procédé de mise en forme des échantillons est mis en cause ici. Les fibres sont dégradées de façon non-négligeable lors de l'injection. Cette étape génère beaucoup de surfaces fraîches non traitées. Si l'on suppose que les bouts de fibres ne sont jamais enduits dû à la dégradation, on peut exprimer la fraction de surface non-enduite des fibres en fonction du facteur de forme Longueur/Diamètre (L/D). La figure 2.6 montre l'évolution de la fraction de surface non-enduite en fonction du facteur de forme L/D des fibres. La fraction de surface non-enduite des fibres varient de 7 à 20% pour l'ensemble des essais soumis aux tests de dégradation. Ceci pourrait expliquer en partie pourquoi le traitement de surface n'augmente pas le module d'élasticité de façon significative puisque le traitement de surface ne recouvre en moyenne que 80% de la surface des fibres.

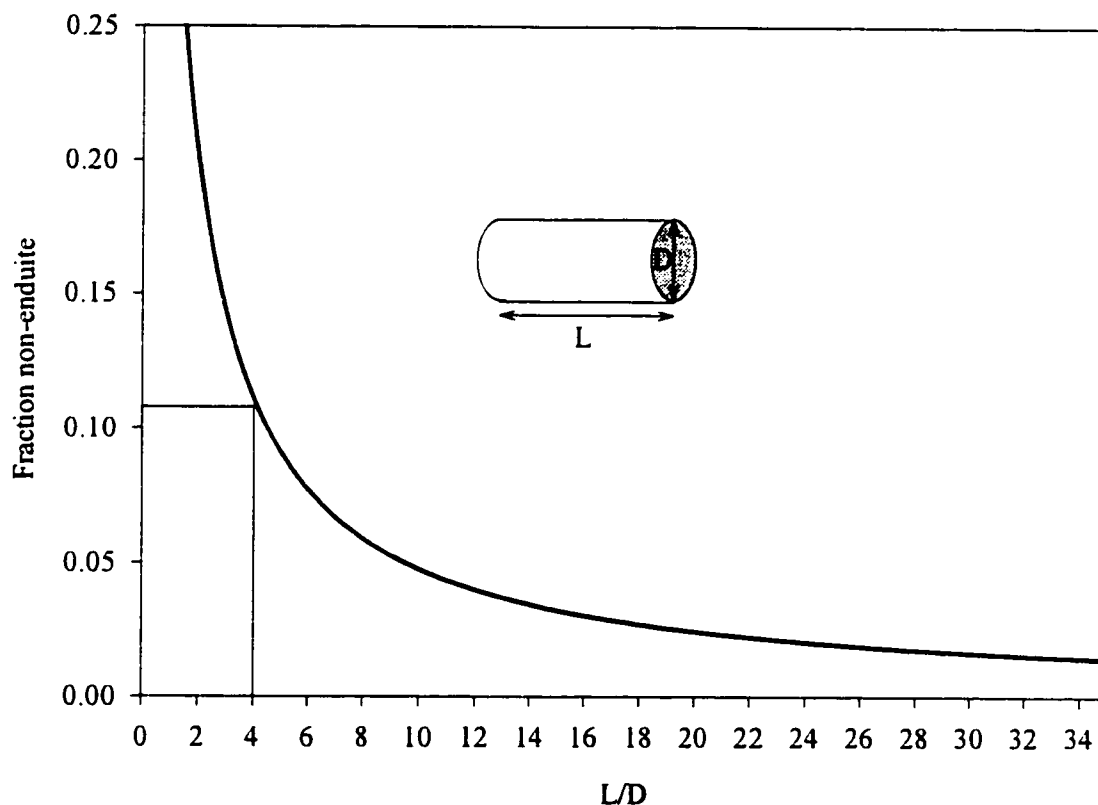


Figure 2.6 Évolution de la fraction non-enduite de traitement de surface en fonction du facteur de forme des fibres

Comme dans l'analyse avec le plan expérimental, l'analyse avec le plan expérimental secondaire montre aussi que la vitesse d'injection n'est pas significative. Ceci démontre la cohérence qu'il y a entre les différents types de plans expérimentaux.

2.4.3 Confrontation des modèles théoriques aux résultats expérimentaux

Dans un premier temps, un modèle statistique de prédiction du module d'élasticité peut être bâti de la même façon que le modèle de dégradation présenté au chapitre 1. Ce modèle est bâti à l'aide des paramètres significatifs et représenté par l'équation suivante:

$$E_c^T = 5.14 + \beta_o \cdot \alpha_o + \beta_{do} \cdot \alpha_{do} + \beta_D \cdot \alpha_D + \beta_A \cdot \alpha_A \quad (15)$$

Les modèles de prédiction empiriques et micromécaniques sont comparés avec le modèle statistique ainsi qu'avec les résultats expérimentaux en tension. La figure 2.7 présente une comparaison des résultats expérimentaux du module en tension aux modèles empiriques proposés.

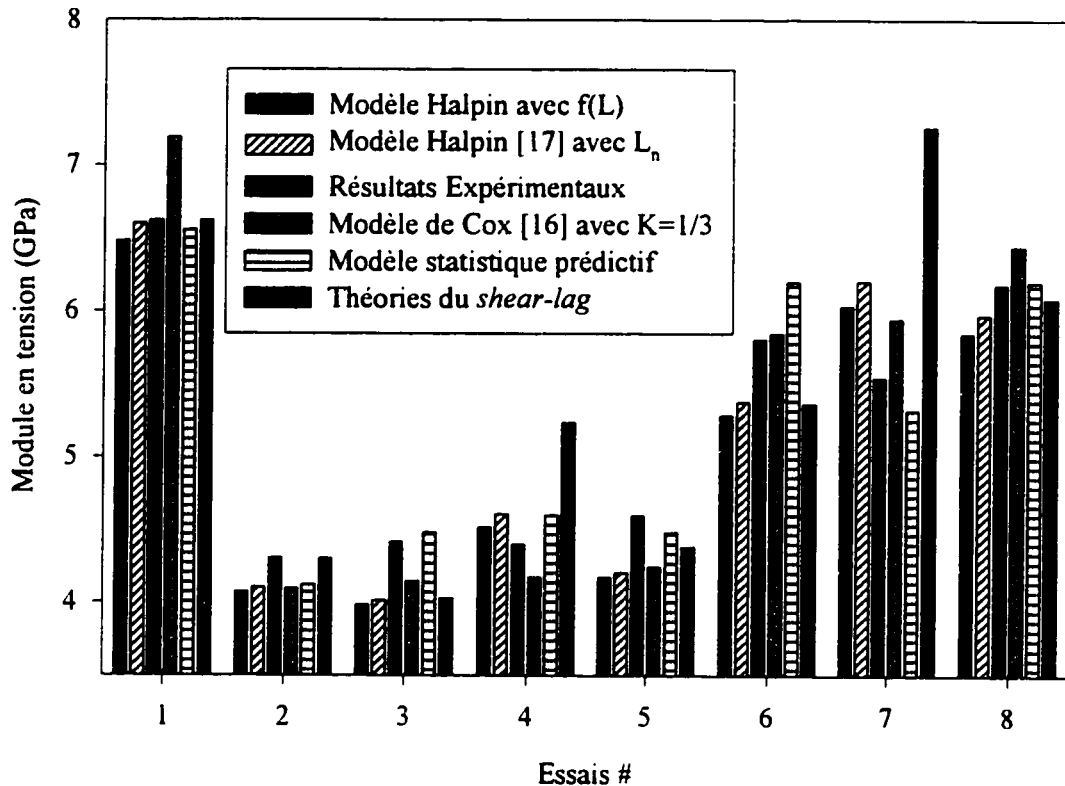


**Figure 2.7 Comparaison des modèles statistiques aux résultats expérimentaux
(Module d'élasticité)**

Mis à part le modèle statistique qui prédit très bien le module élastique puisqu'il tient compte indirectement de tous les phénomènes ayant un effet sur le module d'élasticité, tous les autres modèles ont parfois de la difficulté à prédire correctement le module en tension. Ces résultats mettent en relief la complexité des phénomènes impliqués dans le comportement des matériaux composites à fibres courtes mêmes lorsque les fibres sont orientées préférentiellement dans l'axe de traction. Le modèle micromécanique de Meddad *et al.*[73] a été employé pour modéliser quelques essais. La figure 2.8 présente les résultats de ces modélisations et montre l'importance de tenir compte non seulement de l'interaction fibre-fibre mais aussi de l'effet de la distribution de longueur des fibres. La modélisation micromécanique est sans contredit la voie de l'avenir en

ce qui a trait aux prédictions des propriétés mécaniques des matériaux composites à base de fibres.

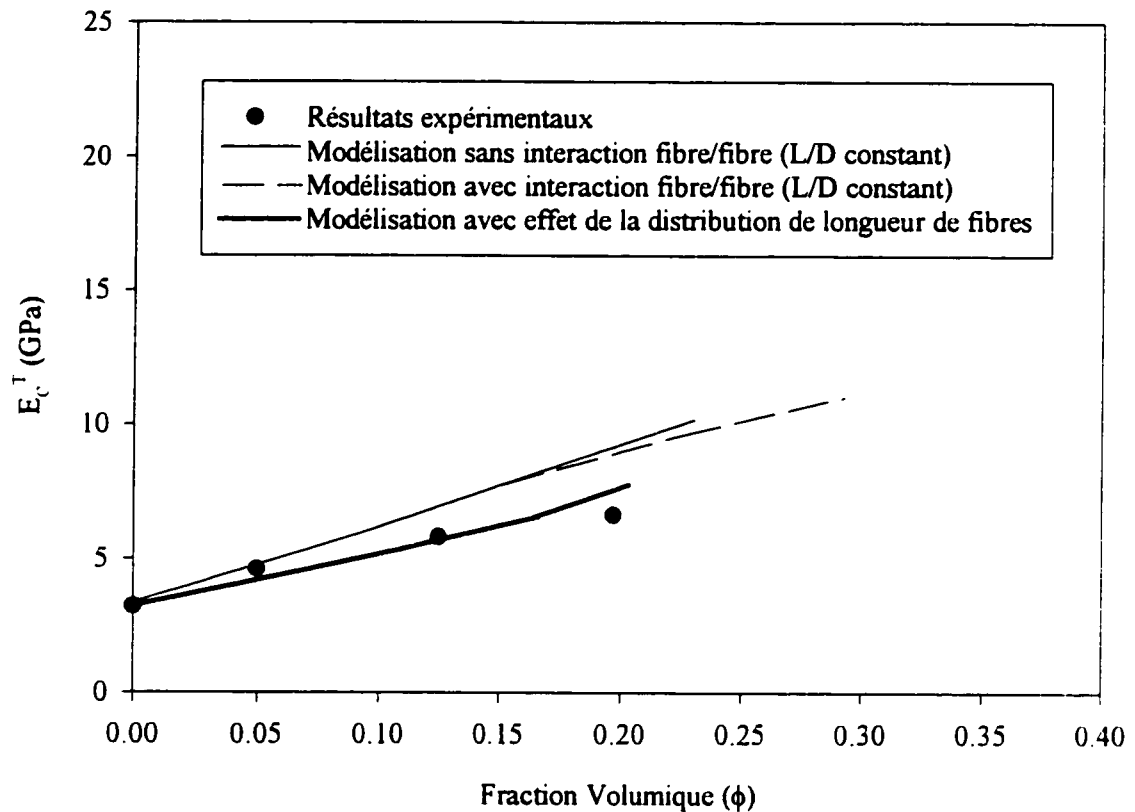


Figure 2.8 Prédictions du modèle micromécanique de Meddad *et al.*, confrontation aux résultats expérimentaux

2.4.4 Point de décohésion fibres/matrice

Les théories de Naqui et Robinson et celles de Heikens sont employées pour déterminer le point de décohésion des fibres de la matrice. La figure 2.9 présente la déformation volumique en fonction de la déformation axiale pour un échantillon de PS pure ainsi que celle d'un composite

chargé à 15% de fibres. On associe le début de la cavitation causée par les fibres au point où la différence entre les deux courbes n'est plus nulle. On remarque aisément que la cavitation causée par les fibres débute à une déformation aussi faible que 0.13%. La présence importante de fibres très courtes ayant une capacité de transfert de charge faible est responsable de la décohésion prématurée des fibres de la matrice.

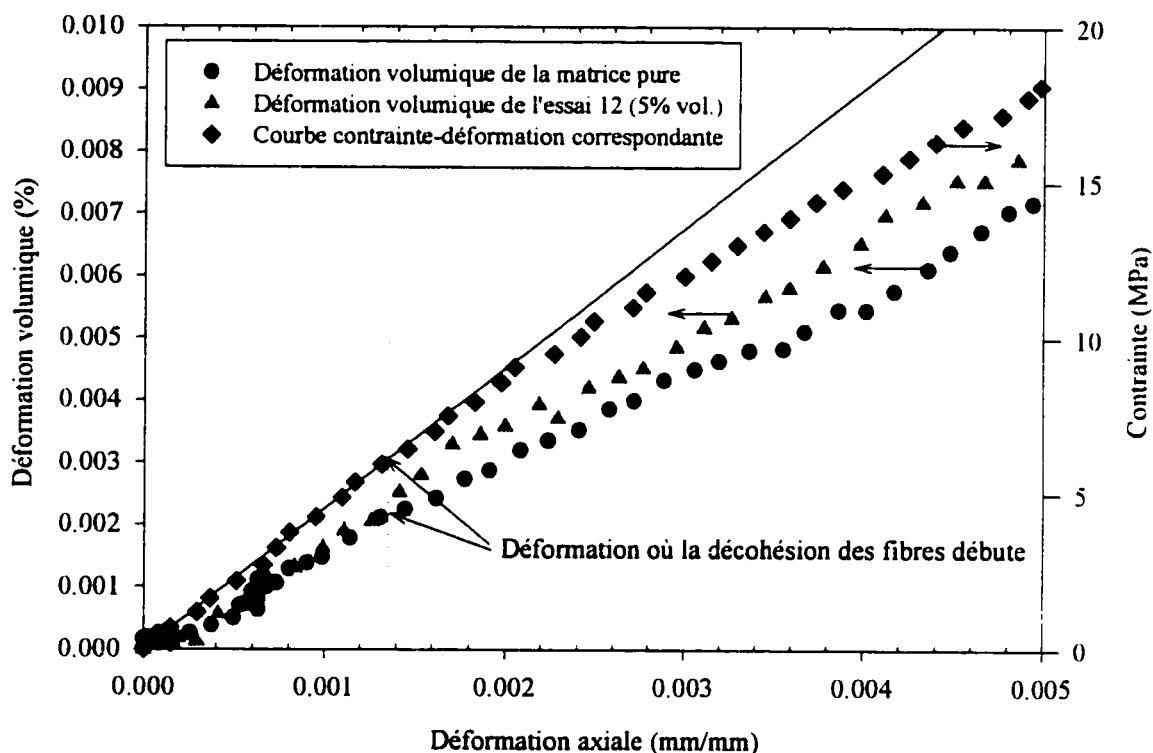


Figure 2.9 Déformation volumique du composite en fonction de la déformation axiale

(a) PS pur et (b) PS + 15 % de fibres et (c) courbe contrainte-déformation du PS + 15% de fibre

La méthodologie expérimentale utilisée pour obtenir ce type de courbe génère beaucoup de bruit sur les mesures étant donné les faibles déformations en jeu. Des mesures avec déplacement de fluides pour mesurer directement la déformation volumique pourraient donner de meilleurs résultats. Pour contourner ce problème, on associe le point de décohésion au point où le module du composite chute sur les courbes contraintes-déformations correspondantes (voir figure 2.9). Ceci demeure vrai pour les cas de matrices rigide (fragile) comme le PS et le PC où la décohésion des fibres débute bien avant le début de la déformation plastique. Les théories de Heikens et Robinson permettent de justifier cette dernière affirmation. En effet en traçant le changement de volume du polystyrène pure en fonction de la déformation élastique uniquement, on remarque que ce type de déformation régit à lui seul tous les mécanismes de déformation dans une plage de déformation axiale allant de 0 à 1%. Le changement de pente de la courbe contrainte-déformation du composite se produit bien en dessous de 1% de déformation axiale, ce qui permet alors de présumer que ce changement de pente est uniquement dû à la décohésion des fibres de la matrice. La figure 2.10 montre l'évolution du point de décohésion en fonction de la longueur moyenne de fibre pour les essais ayant 5 et 15% vol. en fibres. Le point de décohésion est retardé à faible concentration par rapport aux essais à forte concentration car les fibres à faible concentration sont généralement plus longues (donc de longueur supérieure à la longueur critique). Toutefois, la longueur moyenne des fibres n'a pas d'influence significative sur le point de décohésion (pour une concentration donnée) pour les plages de longueurs étudiées.

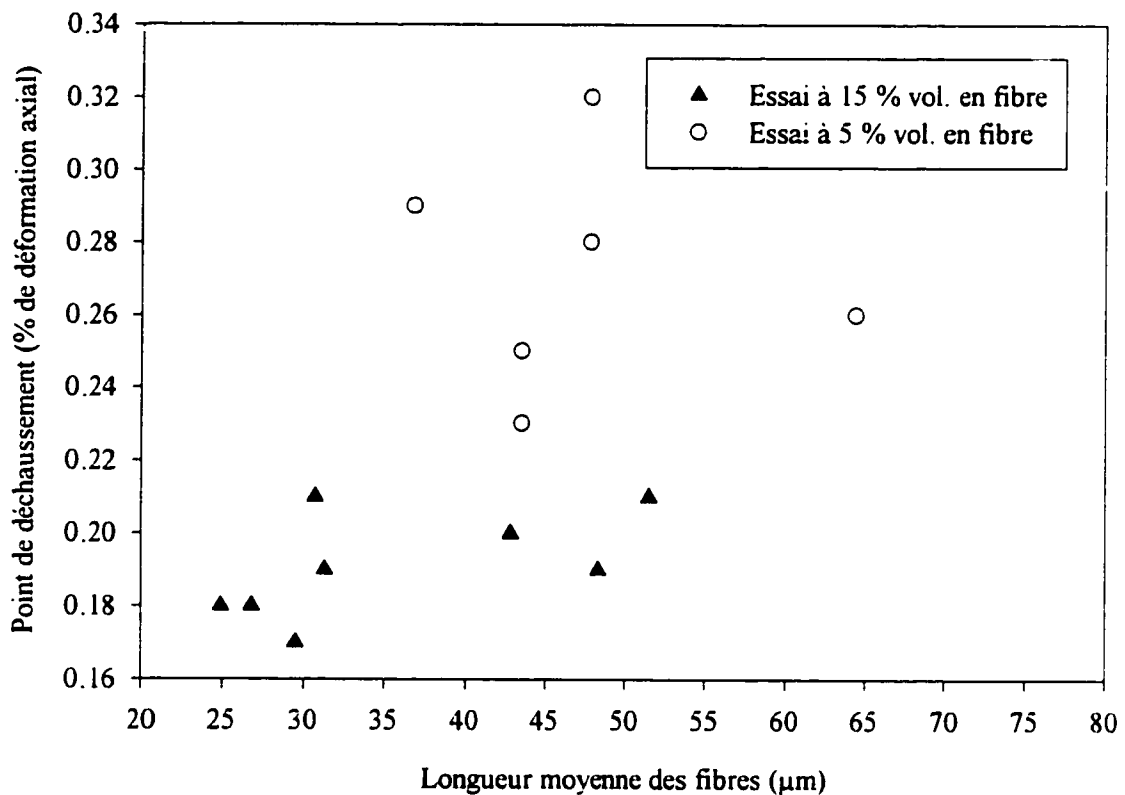


Figure 2.10 Point de décohésion fibres/matrices observés pour quelques essais en fonction de la longueur moyenne des fibres.

Ces résultats mettent en relief le compromis que l'on doit faire lorsqu'on fait de la conception de matériau composite. La matrice pure permet une déformation élastique allant jusqu'à 1.8% tandis que, pour les composites PS+15% vol. de fibres, la déformation élastique ne va qu'à 0.15%, soit une chute de la plage d'utilisation de 92%. Le gain gagné sur la rigidité du matériau par l'ajout de fibres (environ 88% pour le PS chargé à 15% vol. de fibres de verre) doit rencontrer, pour une application donnée, les spécifications de déformations non-permanente.

2.4.5 Essais en flexion

Les modules en flexion ont été obtenus à l'aide du plan expérimental principal selon la norme ASTM D790. La même analyse statistique est employée pour déterminer les paramètres significatifs ayant une incidence sur le module en flexion. Les paramètres significatifs sont reproduits au tableau 2.4. L'annexe E recense les résultats bruts en flexion et les calculs statistiques reliés à ceux ci.

Tableau 2.4 Paramètres significatifs pour le module en flexion

Contrastes significatifs	% variabilité	Ratio F	Effet
O Concentration volumique en fibres	66.7	335.1	0.76 GPa
D Taille initial des fibres	20.8	104.7	- 0.42 GPa
do Interaction Taille initial des fibres et vitesse d'injection	8.8	44.0	- 0.27 GPa
oh Interaction Température du moule et taille initiale des fibres	2.0	10.2	- 0.13 GPa
H Vitesse d'injection	1.7	8.5	- 0.12 GPa

Les paramètres significatifs sont sensiblement les mêmes que ceux trouvés en tension. Les paramètres d'interaction sont significatifs dû aux paramètres principaux correspondants qui le sont aussi. Toutefois, la taille initiale des fibres a un impact important sur le module en flexion. En effet, plus les fibres sont courtes, plus le module en flexion sera élevé. Ceci est dû à la fragilité des fibres de verre lorsqu'elles sont soumises à des efforts de cisaillement. Les fibres sont soumises à un effort transverse lors des essais de flexion dû à leur orientation préférentielle

dans l'axe d'écoulement lors de leur mise en forme (figure 2.11). Ainsi, les fibres de verre plus longues se brisent de manière fragile en plusieurs petits morceaux dès le début de l'essai, ce qui a tendance à diminuer la résistance en flexion du composite.

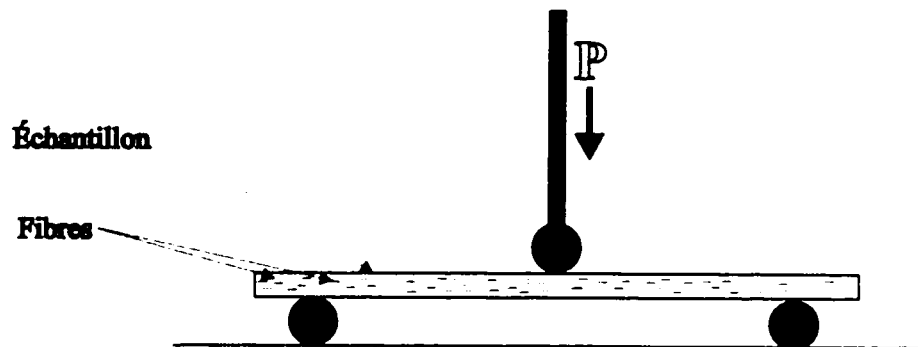


Figure 2.11 Essai de flexion 3 points

2.4.5.1 Effet du traitement de surface sur le module en flexion

Le plan expérimental secondaire a aussi été utilisé pour déterminer l'influence du traitement de surface sur le module en flexion. Le tableau 2.5 présente les résultats de cette analyse statistique pour les 3 paramètres principaux.

Tableau 2.5 Analyse statistique avec effet du traitement de surface (module en flexion)

Contrastes	% variabilité	Ratio F	Effet
O Concentration volumique en fibres	81.8	20.8	1.7 GPa
H Vitesse d'injection*	8.4	2.1	0.5 GPa
S Traitement de surface*	9.8	2.5	-0.6 GPa

* Non significatif

Comme il fallait s'y attendre, le traitement de surface n'a pas d'effet significatif sur le module en flexion pour les mêmes raisons que celui-ci n'avait pas d'effet sur le module d'élasticité.

2.4.5.2 Modèle statistique/prédictif du module en flexion

Un modèle de prédiction bâti à l'aide du plan expérimental principal permet de prévoir avec une marge d'erreur moyenne de 5% les modules en flexion pour les 16 essais du plan. Ce modèle est bâti à l'aide des 6 paramètres significatifs et il a la forme de l'équation suivante:

$$E_{flex.} = 4.27 + \beta_O \cdot \alpha_O + \beta_D \cdot \alpha_D + \beta_{do} \cdot \alpha_{do} + \beta_{oh} \cdot \alpha_{oh} + \beta_H \cdot \alpha_H \quad (16)$$

La figure 2.12 compare les résultats expérimentaux en flexion avec les prédictions du modèle statistique pour chacun des essais.

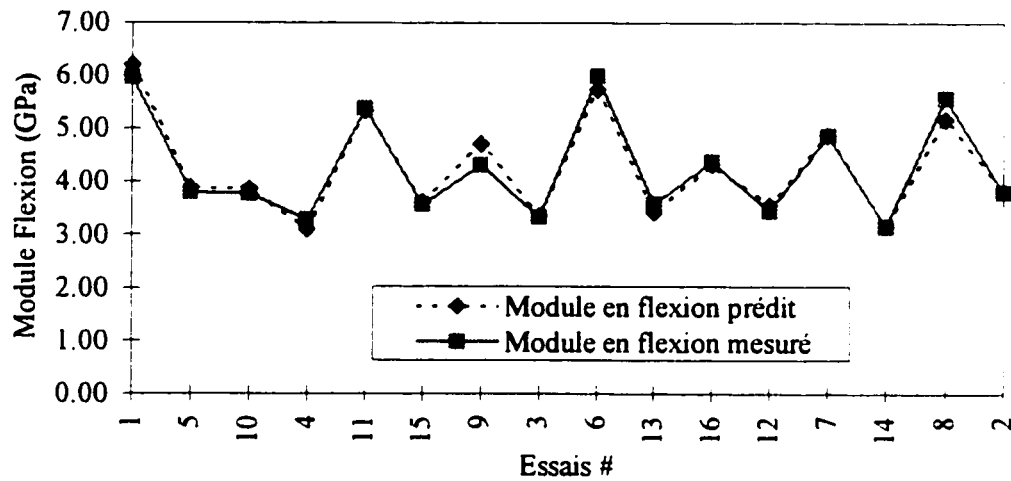


Figure 2.12 Comparaison des modules expérimentaux en flexion à ceux du modèle statistique.

2.5 Optimisation des propriétés mécaniques

L'optimisation des propriétés mécaniques passe non seulement par un choix adéquat des paramètres d'injection mais aussi par un design optimal du moule d'injection de la pièce. La forme du seuil d'injection, le diamètre d'ouverture de la buse d'injection, le point d'injection de matière dans le moule ainsi que le design de la vis d'injection sont autant de facteurs auxquels il faut porter une attention particulière puisqu'ils ont une incidence directe sur l'intégrité des fibres de verre.

2.5.1 Choix des modalités optimales des paramètres d'injection

Le choix des modalités reposent sur l'utilisation que l'on désire faire de notre matériaux composite. Lorsqu'on désire des propriétés optimum en tension, il se peut que les propriétés en flexion qui en résultent soient déficientes. Si l'on désire un matériau versatile qui sera sollicité en tension et en flexion, il faudra faire un compromis sur une des deux propriétés. Le tableau 2.6 présente les modalités que doivent prendre les paramètres selon les propriétés optimum que l'on désire (dégradation minimum des fibres, contrainte à la rupture maximum, module en tension et en flexion maximum). La valeur de ces modalités est obtenu à l'aide des équations de prédiction statistique pour chacune des propriétés respectives.

Ces choix de modalités sont bien entendus réservés à la plage d'analyse du plan expérimental utilisé. L'usage d'une matrice semi-cristalline donnerait probablement des résultats statistiques différents puisque ces matériaux généreront un type de morphologie moléculaire (dû aux phénomènes de cristallisation) bien différente.

Tableau 2.6 Optimisation des propriétés (modalités à utiliser)

Variables	Paramètres					Valeur optimum
	Temp. vis injection (A)	Temp. du moule (B)	Vitesse d'injection (H)	Conc. volumique (O)	Taille initiale des fibres (D)	
Dégradation des fibres	-	+/-	-	-	+	3.4 μm de dégradation
Module en tension (E_{11})	-	+/-	-	+	-	6.55 GPa
Module en flexion (E_{flex})	-	+/-	-	+	-	5.97 GPa
Contrainte à la rupture en tension	-	+/-	-	-	+	47.2 MPa

La figure 2.13 montre comment les autres propriétés se comporte lorsqu'on maximise une propriété donnée. L'élément de comparaison est l'écart en pourcentage par rapport à la valeur maximale que peut prendre la propriété. La variable 'dégradation des fibres' n'a pas été prise en ligne de compte directement puisque cette variable est en fait une valeur relative comparativement aux trois autres variables qui sont des valeurs absolues.

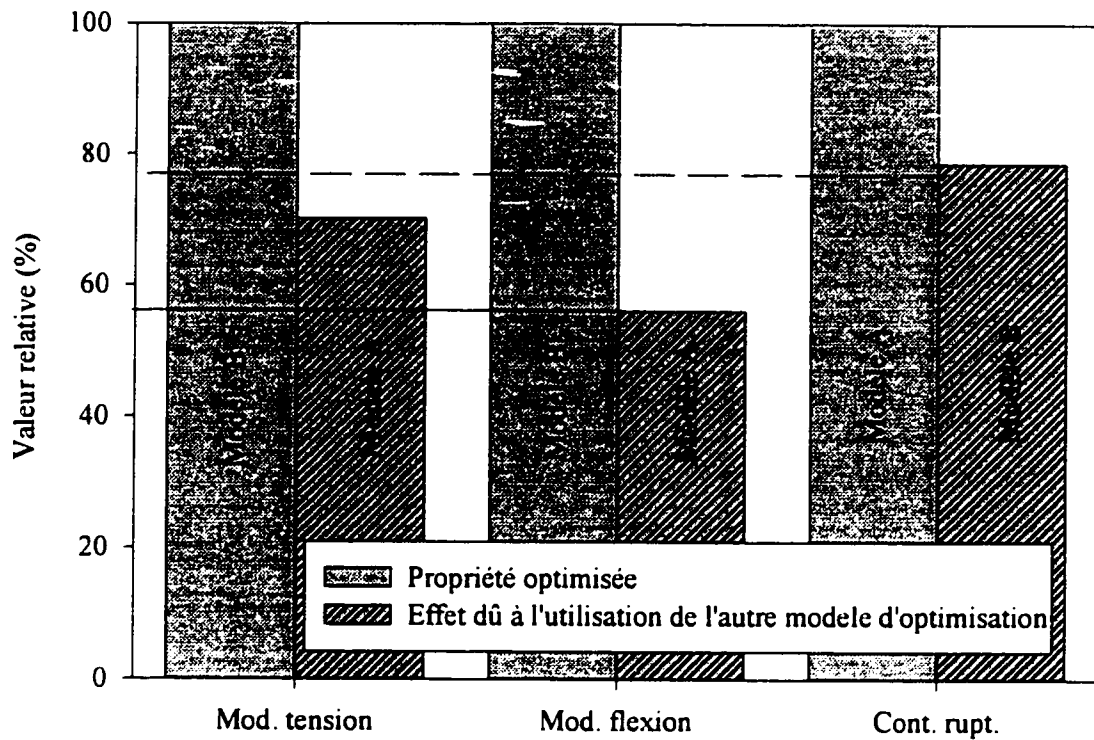


Figure 2.13 Incidence de l'optimisation sur les propriétés étudiées.

Cette figure montre qu'on a deux configurations possibles, soit une qui optimisera les module en tension et en flexion (Modèle B) et une autre qui optimisera une dégradation minimale des fibres et une contrainte à la rupture maximale (Modèle A). Le modèle B est privilégiée puisque les propriétés mécaniques en tension et en flexion sont optimisées alors que la valeur de la contrainte à la rupture n'est dégradée que de 21 % de sa valeur optimale. Le modèle A offre une dégradation de 45% des propriétés mécaniques optimales lorsque que la contrainte à la rupture est optimisée.

Les principales propriétés mécaniques ayant été étudiées, le prochain chapitre portera sur la conductibilité thermique. L'influence des fibres sur la conductibilité thermique sera mise en relief.

La conductibilité thermique s'avère un paramètre important lors de la mise en forme des composites thermoplastique. L'ajout de fibres de verre permet de doubler voire tripler la conductibilité thermique d'un matériau composite comparativement à la conductibilité thermique de la matrice pure. La conductibilité thermique influence indirectement les propriétés mécaniques. En effet, la chaleur pouvant être évacuée facilement du centre de la pièce vers l'extérieur, le phénomène coeur-peau ne se manifeste pratiquement plus. Les contraintes internes engendrées sont aussi moins sévères.

CHAPITRE III

CONDUCTIBILITÉ THERMIQUE DES COMPOSITES THERMOPLASTIQUES

3.1 Introduction

Les polymères sont de très mauvais conducteurs de chaleur. Cette caractéristique intrinsèque aux polymères devient problématique surtout lors de leurs transformation. Un mauvais contrôle de la thermique du procédé de transformation peut soit engendrer du retrait à l'intérieur de la pièce ou bien ralentir les cadences de production.

L'ajout de fibres de verre à l'intérieur de matrice thermoplastique dans le but d'en augmenter les propriétés mécaniques modifie les caractéristiques de mise en forme de la pièce à mouler. Une connaissance accrue du comportement thermique du polystyrène chargé permettra ainsi d'effectuer la modélisation de l'écoulement à l'état fondu en y incluant les effets de la thermique.

La pratique a démontré que lorsqu'il existe un gradient de température dans un corps donné, il y a un transfert de l'énergie partant des régions chaudes vers les régions froides. Cette énergie est véhiculée par conduction et le flux de chaleur par unité de surface est proportionnel au gradient de température normal à cette surface.

$$\frac{q}{A} \propto \frac{\partial T}{\partial x}$$

$$q = -kA \frac{\partial T}{\partial x} \quad (17)$$

La constante de proportionnalité 'k' est appelée conductibilité thermique. Hasselman et al. [46, 47] ont recensé 11 variables pouvant influencer la valeur de la conductibilité thermique d'un matériau composite à fibres continues. Ces 11 variables sont:

- la conductibilité thermique de la matrice et du traitement de surface de la fibre ;
- les composantes tangentielles et radiales de la conductibilité thermique de la fibre ;
- la fraction volumique en fibre et du traitement de surface;
- la géométrie de la fibre et la forme du revêtement de surface;
- la résistance thermique aux interfaces (fibre/revêtement et revêtement/matrice) et
- l'orientation des fibres.

Le but du présent chapitre est d'évaluer l'influence du niveau de charge volumique en fibres et de la température sur la conductibilité thermique du polystyrène chargé. L'étude de la conductibilité thermique transverse (perpendiculaire aux fibres) est privilégiée puisque les résultats seront utilisés à des fins de simulation d'écoulement qui présenteront ce type de morphologie. Les fibres étant généralement orientées de manière parallèle aux parois du moule (surfaces d'échanges de chaleur), le flux de chaleur se déplacera perpendiculairement à l'axe des fibres d'où la nécessité d'utiliser des modèles de prédiction de la conductibilité thermique transverse.

Ce chapitre prend la forme d'une brève revue de la littérature portant sur les modèles de prédiction de la conductibilité thermique. Ces prédictions sont ensuite confrontées à quelques résultats expérimentaux.

3.2 Revue des modèles de prédiction de la conductibilité thermique

Demain et Issi [48] catégorisent les modèles de prédiction en deux grandes familles, soient les modèles dont le facteur de forme (L/D) des fibres est inférieur à 5 et dont la conductibilité thermique est indépendante de la forme de la fibre [49] et les modèles pour fibres longues, unidirectionnelles et que l'on peut supposer continues si le facteur de forme est de beaucoup supérieur à 5. La conductivité thermique longitudinale des composites à fibres longues peut être approximée de manière satisfaisante par de simples loi de mélanges ou par le modèle de Halpin [17].

Il existe aussi une autre grande classe de modèles de prédictions. Ce sont des modèles analytiques basés généralement sur une approche micromécanique et qui permettent de déterminer les gradients de flux de chaleur aux abords des fibres. Ce genre de modèles, souvent complexe, sont plus adéquats aux fibres courtes puisqu'ils tiennent compte des effets de bouts. Des fonctions de distribution d'orientation de fibres peuvent facilement y être ajoutées.

3.2.1 Modèles théoriques et semi-empiriques

Les modèles empiriques sont des modèles basés sur de simples lois de mélanges dans le cas de l'étude de la conductibilité thermique dans le sens des fibres (k^T_c) ou des schémas de résistances en série ou en parallèle pour l'étude de la conductibilité transverse (k^D_c).

Wetherhold et Wang [50] ont repris 5 modèles empiriques [51-55] pour prédire la conductibilité thermique transverse (k^D_c) de composites à fibres continues. Ils ont conclut que les erreurs de prédiction de ces modèles étaient dues à l'absence de données fiables de conductibilité thermique des fibres (k_f) dû aux faibles diamètre des fibres (généralement une douzaine de microns). La méthode expérimentale qu'ils proposent pour diminuer l'erreur de prédiction de k_{33} est originale. La méthode consiste à calculer la conductibilité thermique des fibres (k_f) à l'aide de données expérimentales de k^D_c obtenues à haute teneur volumique en fibres. La figure 3.1 montre que la conductibilité thermique k^D_c est plus sensible aux variations de la conductibilité thermique des fibres à haute concentration en fibres qu'à faible concentration. Lorsque la conductibilité thermique des fibres est connue, il suffit de l'utiliser pour prédire k^D_c à faible concentration en fibre.

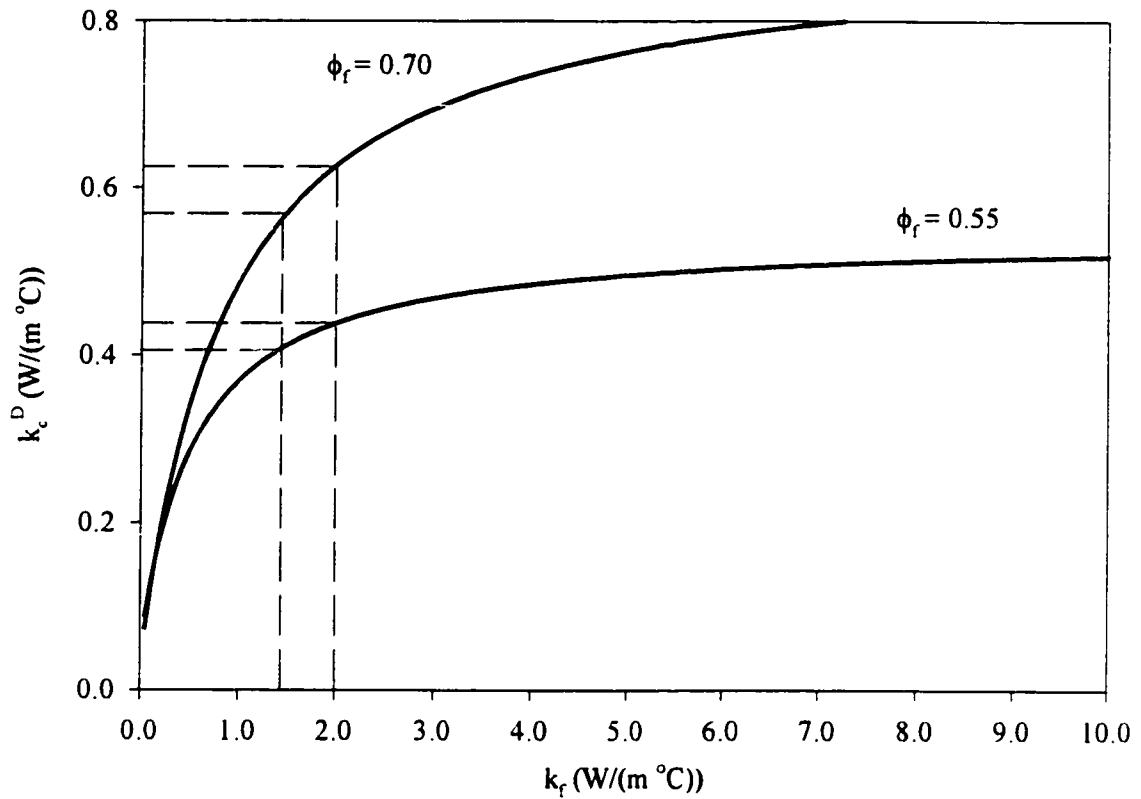


Figure 3.1 Évolution de k_c^D en fonction de k_f (tiré de Wetherhold et Wang [50])

Les deux premiers modèles empiriques, celui de Chawla [51] et de Springer-Tsai [52], sont basés sur un modèle combinant plusieurs types de résistances thermiques. Leurs modèles sont représentés par les équations respectives suivantes:

$$\frac{k_c^D}{k_m} = \left(1 - \sqrt{\phi_f}\right) + \frac{\sqrt{\phi_f}}{1 - \sqrt{\phi_f} \cdot (1 - k_m/k_f)} \quad (18)$$

$$\frac{k_c^D}{k_m} = \left(1 - 2\sqrt{\frac{\phi_f}{\pi}}\right) + \frac{1}{B} \cdot \left[\pi - \frac{4}{\sqrt{1 - \left(\frac{B^2 \phi_f}{\pi}\right)}} \tan^{-1} \frac{\sqrt{1 - \left(\frac{B^2 \phi_f}{\pi}\right)}}{1 + B\sqrt{\frac{\phi_f}{\pi}}} \right] \quad (19)$$

$$B = 2 \cdot \left(\frac{k_m}{k_f} - 1 \right)$$

Le modèle de Springer-Tsai a l'avantage de tenir compte du caractère cylindrique des fibres d'où l'apparition du nombre π à l'intérieur de son équation de prédiction.

Le modèle de Hashin [53] repose sur les principes de limites supérieures et inférieures des propriétés en prenant des cas extrêmes. Son modèle est donc une moyenne de la plage d'approximation et peut être représenté par l'équation suivante:

$$k_c^D = k_m + \frac{\phi_f}{\frac{1}{(k_f - k_m)} + \frac{(1 - \phi_f)}{2k_m}} \quad (20)$$

Le modèle de Rayleigh [54] est basé sur un arrangement carré des fibres avec un modèle plus élaboré quant à la résolution des équations de transfert thermique. Son modèle est représenté par les deux équations suivantes.

$$\frac{k_{33}}{k_M} \approx 1 - \frac{2V_F}{v' + V_F - \frac{C_1}{v'} V_F^4 - \frac{C_2}{v'} V_F^8}$$

$$v' = \left(\frac{k_M}{k_F} + 1 \right) / \left(\frac{k_M}{k_F} - 1 \right) \quad (21)$$

$$C_1 = 0.3058$$

$$C_2 = 0.0134$$

Farmer-Covert [55] ont repris le modèle de Rayleigh [54] mais ils ont tenu compte d'une adhésion imparfaite à l'interface fibre/matrice. Ces imperfections à l'interface sont souvent générées par le retrait de la matrice lors de son refroidissement après sa mise en forme. Ils ont inclus un terme représentant la résistance de contact à l'interface fibre/matrice (h_c) et tient maintenant compte du diamètre de la fibre (D). Le modèle de Farmer-Covert est identique à celui de Rayleigh mais le terme v' est modifié par l'équation suivante.

$$v' = \left(\frac{k_m}{k_f} + 1 + \frac{k_m}{D h_c} \right) / \left(\frac{k_m}{k_f} - 1 + \frac{k_m}{D h_c} \right) \quad (22)$$

3.2.2 Modèles analytiques et micromécaniques

Il existe plusieurs modèles analytiques qui ont été développés pour prédire la conductibilité thermique de composites renforcés de fibres courtes. Ces premiers modèles ont comme hypothèse d'avoir un alignement parfait des fibres selon un axe donné [17,56-60] ou à l'autre extrême,

d'avoir une orientation des fibres entièrement aléatoire ou sans aucune orientation préférentielle [61].

Ces modèles ont le désavantage de ne pas tenir compte de l'interaction entre fibres. Leur méthode consiste à effectuer la moyenne de plusieurs groupes de fibres différents et ayant une orientation donnée différente d'un groupe à l'autre. Ce type d'analyse s'est avéré inadéquate notamment pour les composites possédant une orientation planaire [62].

Pour tenir compte de l'effet de l'orientation et des interactions entre fibres, les modèles micromécaniques pour prédire la conductibilité thermique sont plus appropriés [62]. Ces modèles sont appelés micromécaniques dû à leur similarité avec les modèles de prédiction des propriétés mécaniques. La correspondance qui existe entre les variables thermiques et mécaniques est présenté au tableau 3.1.

Tableau 3.1 Correspondance des variables (thermiques à mécaniques)

Transfert thermique	Élasticité
Conductibilité thermique, k_{ij}	Rigidité (Module d'élasticité), E_{ij}
Flux de chaleur, q_{ij}	Contrainte, σ_{ij}
Gradient de température, ∇T_i	Déformation, ε_{ij}

L'analyse micromécanique porte sur deux principes, soient celui des inclusions et/ou celui de l'intégration du champ du flux de chaleur. Plusieurs auteurs se sont penchés sur des modèles à

inclusions [62-63] dont Eshelby [64] qui fut le premier à élaborer les principes. Le modèle à intégration du champ de flux de chaleur proposé par Mori et Tanaka [65] fut repris par Benveniste et al. [66]. Finalement, Chen et Wang [67] ainsi que Dunn et al. [68] proposent un modèle qui est une forme hybride de ces deux principes et ils ont inclus l'effet de la longueur des fibres.

3.3 Méthodologie expérimentale

Le plan expérimental tel que présenté dans les chapitres précédents n'est pas utilisé ici puisque la forme des échantillons ne permet pas d'effectuer des mesures adéquates de conductibilité thermique. De nouveaux types d'échantillons sont moulés et seule l'influence de la température et du niveau de charge en fibre est étudié sommairement.

3.3.1 Mesure de la conductibilité thermique en régime permanent

La mesure de la conductibilité thermique en régime permanent est mesurée à l'aide d'un *Thermal Conductivity Analyzer* (TCA) de Holométrix™ inc. Cet appareil impose à un échantillon donné une variation de température dans l'épaisseur d'environ 20°C en maintenant une borne supérieure chaude et inférieure froide à température constante. Lorsque le flux de chaleur devient constant (régime permanent), la conductibilité thermique peut être déterminée par un simple calcul de transfert thermique. Ce calcul est effectué à l'aide d'une courbe de résistivité thermique obtenue à partir d'échantillons de conductibilité thermique connue.

La mesure de la conductibilité est très sensible au phénomène de résistance de contact. Pour minimiser l'effet de ce phénomène, une couche d'huile de silicone de conductibilité thermique très élevée est appliquée sur les deux côtés de l'échantillon entre les bornes chaudes et froides de l'appareil.

L'avantage de cette méthode est que l'on peut soumettre à l'appareil des échantillons possédant n'importe quel type de morphologie et ce de manière très simple tant à l'état fondu qu'à l'état solide.

Un des principaux désavantages de cette méthode est le temps d'attente pour l'atteinte du régime permanent qui peut prendre jusqu'à une heure pour une seule mesure. Ce temps d'attente est critique pour les polymères surtout à haute température car, dans plusieurs cas, la dégradation thermique débute après quelques minutes. Cette dégradation engendre de profonds changements dans la structure du polymère (réticulation, recristallisation, changement dans la structure chimique même, etc.), ce qui a pour effet de modifier et biaiser les mesures de conductibilité thermique.

Un second désavantage porte sur la connaissance réelle de la température à laquelle l'échantillon est soumis. Puisqu'il s'agit de mesure en régime permanent, il existe un gradient de température à l'intérieur de l'échantillon. Les résultats de conductibilité thermique en régime permanent sont généralement rapportés à la température moyenne à laquelle l'essai a été effectué. Ceci s'avère une hypothèse raisonnable pour le cas de matériaux pur. Dans le cas de matériaux à plusieurs

phases, le gradient de température n'est plus nécessairement linéaire dans l'épaisseur surtout pour le cas de morphologie coeur-peau très prononcée.

Ces deux derniers désavantages s'avèrent sans importance significative dans notre cas puisque le polystyrène est relativement stable à haute température et tous les échantillons ont une distribution homogène des fibres dans l'échantillon.

Même si il existe un gradient de température à l'intérieur de l'échantillon, une étude de l'influence de la température sur la conductibilité thermique peut être effectuée puisque les plages d'étude de la température dépassent largement le gradient de température observé dans l'échantillon pour un essai.

Les échantillons testés sont sous forme de disque et ont une épaisseur moyenne de 6 mm et un diamètre de 5 cm. Les fibres de verre sont incorporées à la matrice de PS pure à l'aide d'une extrudeuse bi-vis co-rotative à des concentrations volumiques de 5 et 20%. Les échantillons sont moulés par injection à l'aide d'un moule rectangulaire de 16x8x0.06 cm d'où les disques sont découpées du centre de la plaque. Ce type de préparation d'échantillons a l'avantage d'orienter préférentiellement les fibres dans le sens d'écoulement et donc perpendiculaire au flux de chaleur lors des tests.

3.3.2 Mesure de la conductibilité thermique en régime transitoire

Les mesures en régime transitoire sont utilisées, dans notre étude, pour fins de comparaison avec les mesures en régime permanent. Ce type de mesure a été développé par Lobo et Cohen [69] au début des années 90. Leurs théories exploitent la capacité de diffusion des matériaux. En effet, leurs calculs sont basés sur les équations de Fourier en conduction qui après dérivation en régime transitoire donne l'équation suivante:

$$T - T_o = \frac{Q'}{2\pi k} \int_{\gamma}^{\infty} \frac{e^{-u^2}}{u} \partial u = \frac{Q'}{4\pi k} \int_{\gamma}^{\infty} \frac{e^{-v}}{v} \partial v \quad (23)$$

où

$$\gamma = \frac{r}{2\sqrt{\alpha_p \cdot t}} \quad (24)$$

Cette équation peut être approximée par une série de puissance ayant la forme suivante:

$$T - T_o = \frac{Q'}{2\pi k} \left\{ \frac{-C'}{2} - \ln(\gamma) + \frac{\gamma^2}{2 \cdot 1!} - \frac{\gamma^4}{4 \cdot 2!} + \dots \right\} \quad (25)$$

Si $\gamma < 1/6$, cette dernière équation peut être approximée avec un degré d'incertitude de l'ordre de 1% si on ne garde que les deux premiers termes de la série.

Comme la diffusivité (α_p) des polymères est très faible ($\approx 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$), la distance r entre la source de chaleur et le point de mesure de la température doit être faible ($< 5 \text{ mm}$). Lobo et Cohen ont donc conçu une sonde agissant à la fois de source de chaleur ponctuelle et de thermocouple qui permet de satisfaire la condition $\gamma < 1/6$ pour presque tous les cas.

L'équation finale comporte ainsi un seul paramètre thermodépendant (k) sans la nécessité de tenir compte de la diffusivité. L'équation finale est la suivante:

$$T_2 - T_1 \approx \frac{Q'}{4\pi k} \ln\left(\frac{t_2}{t_1}\right) \quad (26)$$

Connaissant Q' et en mesurant la température dans le voisinage de la source de chaleur en fonction du temps, la pente de cette équation (en format semi-log) permet de retrouver la conductibilité thermique de l'échantillon.

La mesure expérimentale s'effectue en plaçant l'échantillon (préalablement sous forme de granules) dans une chambre d'analyse cylindrique maintenue à température constante et ayant un diamètre de 1 cm et une profondeur de 5 cm. Lorsque l'échantillon est fondu, on insère la sonde servant à la fois de thermocouple et de source de chaleur ponctuelle à l'intérieur de l'échantillon. La mouillabilité sonde-échantillon peut être assurée en plaçant la chambre d'analyse sous pression. Si l'essai doit être effectué à l'état fondu, l'essai peut démarrer à l'instant. Lorsque la température à l'essai est atteinte, la sonde envoie une impulsion de chaleur qui dure quelques secondes et la température est mesurée dans le temps par la sonde.

3.4 Résultats

Les résultats expérimentaux ont pour but de valider les modèles empiriques de prédiction de la conductibilité thermique transversale et de déterminer de façon sommaire l'influence de la concentration volumique en fibres et de la température sur les mesures de la conductibilité thermique. Les mesures en régime permanent sont utilisées pour valider les modèles de prédiction de conductibilité thermique et les mesures en régime transitoire sont utilisées pour corroborer les mesures en régime permanent. Des essais à l'état solide ($T=52^{\circ}\text{C}$) et à l'état fondu ($T=170^{\circ}\text{C}$) ont été réalisés.

Les modèles empiriques exigent la connaissance de nombreux paramètres tels la conductibilité thermique des fibres, la conductibilité thermique de la matrice, la résistance thermique de contact fibre/matrice et la teneur exacte en fibres (concentration volumique). Ces paramètres sont répertoriés au tableau 3.2 avec les références ou les méthodes qui ont permis de les déterminer.

NOTE TO USERS

Page(s) not included in the original manuscript are unavailable from the author or university. The manuscript was microfilmed as received.

83

This reproduction is the best copy available.

UMI

concentration. À haute concentration, ces modèles sont très sensibles au choix de la valeur de conductibilité thermique des fibres. La non-efficacité de la loi de mélange démontre aussi que son usage doit être réservé à la prédiction de la conductibilité thermique longitudinale seulement.

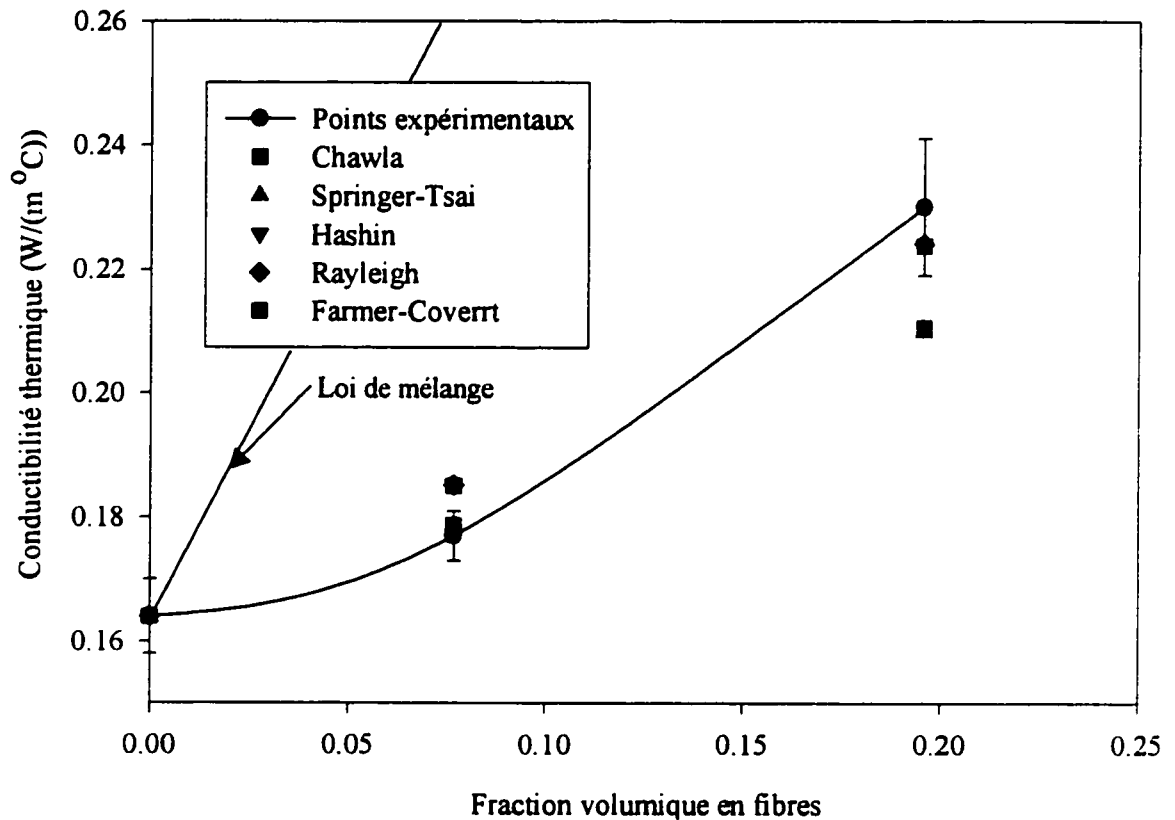


Figure 3.2 Influence de la concentration volumique en fibre sur la conductibilité thermique ($T=52^{\circ}\text{C}$)

En utilisant la méthode proposée par Wetherhold et Wang [50], on peut déterminer la conductibilité thermique effective des fibres à l'aide des résultats à haute concentration et appliquer cette valeur aux essais à faible concentration. La figure 3.3 montre comment les

modèles empiriques peuvent améliorer sensiblement la qualité de leurs prédictions de la conductibilité thermique lorsque les paramètres disponibles sont fiables.

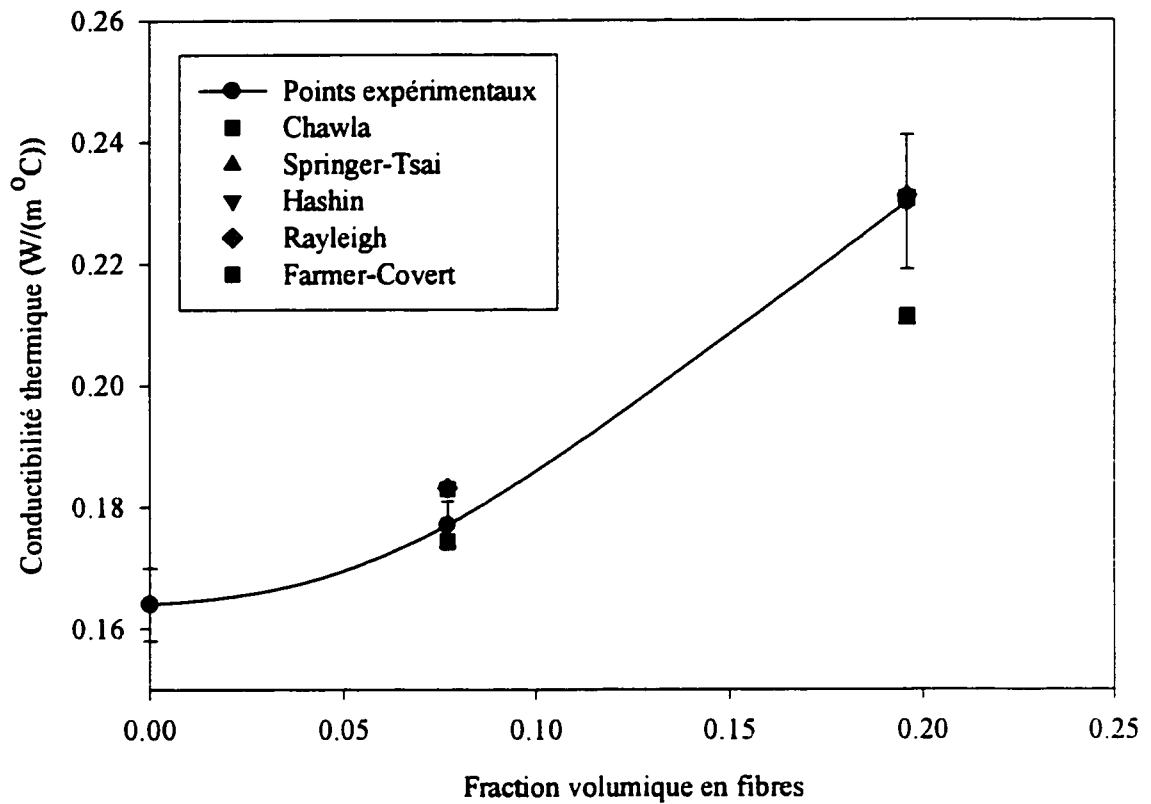


Figure 3.3 Évolution de la conductibilité thermique en fonction de la concentration volumique (avec k_r corrigé)

3.4.2 Influence de la température

La conductibilité thermique est fortement liée à la mobilité des molécules et à l'interconnectivité qui existe entre celles-ci. En augmentant la température, cette mobilité augmente et par

conséquent la conductibilité thermique aussi. De manière relative, la conductibilité thermique d'un polymère augmente rapidement (de 10 à 50%) lorsqu'on approche de la température de fusion pour devenir stable à l'état fondu. Le point de fusion du verre étant très élevé, la mobilité des molécules est restreinte dans les plages habituelles de transformation des polymères. Les charges que l'on rajoute (i.e. le verre) ont une conductibilité qui augmente moins rapidement que les polymères (environ 5%). On doit s'attendre à ce que l'effet de la température sur des polymères faiblement chargé sera plus importante que sur les systèmes fortement chargés. La figure 3.4 montre l'évolution de la conductibilité thermique en fonction de la température pour 3 systèmes (PS pur, PS + 5% de fibres et PS + 20% de fibres)

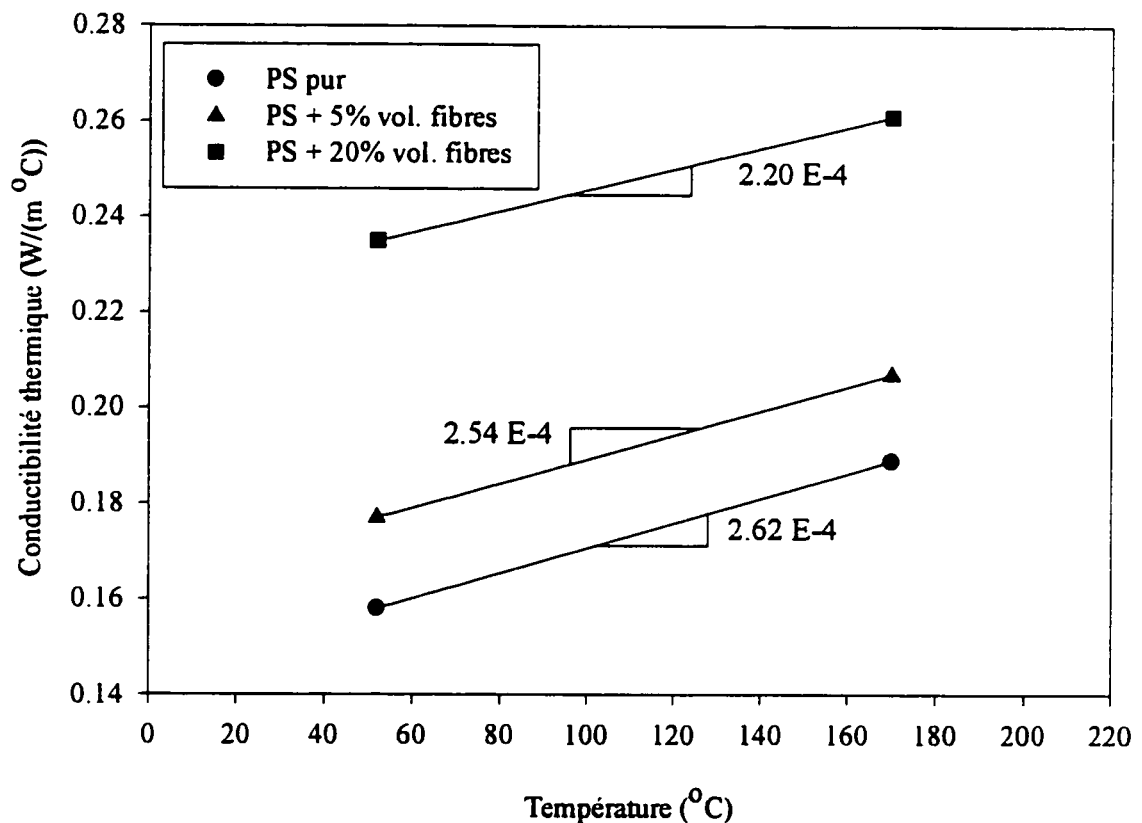


Figure 3.4 Influence de la température sur la conductibilité thermique

3.4.3 Comparaison des mesures en régime permanent avec les mesures en transitoire

Les mesures en transitoire sont fiables dans la mesure où le contact entre la sonde et le polymère est adéquat. Les mesures en transitoire de la conductibilité thermique pour la matrice de PS pure ont donné exactement les mêmes résultats que les mesures en régime permanent. Toutefois les essais avec fibres en régime transitoire donnent des résultats plutôt surprenants. Ces mesures auraient dû donner des valeurs supérieures à celles effectuées en régime permanent puisque les fibres sont orientées de manière aléatoire. La conductibilité thermique mesurée pour les systèmes chargés était inférieure à celle de la matrice pure et ce à trois reprises. La présence d'air entre la sonde et l'échantillon est probablement responsable de cette observation. Pour ces raisons, seules les mesures en régime permanent ont été utilisées pour fins de comparaison avec les modèles de la littérature.

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

L'influence des paramètres d'injection sur le comportement d'un composite PS-fibres de verre a été démontré avec l'aide d'un plan expérimental statistique de Taguchi. Même si l'incidence relative des facteurs les uns par rapport aux autres est limitée aux seules plages d'étude spécifiées, il n'en demeure pas moins qu'il a été possible d'effectuer une quantification de ces effets.

L'usage des modèles statistiques a permis de cibler des paramètres d'injection bien spécifique permettant de minimiser la dégradation des fibres de verre tout en améliorant les propriétés mécaniques. Les modèles prédictifs des propriétés mécaniques se sont avérés relativement adéquats mais laisse toujours la porte ouverte aux modèles plus fondamentaux de prédiction comme les modèles micromécaniques.

Comme travaux futurs, il est maintenant possible de raffiner les modèles statistiques en déterminant l'effet linéaire ou non des paramètres significatifs. On pourra aussi élargir le nombre de paramètres à l'étude dont leurs effets sur les propriétés mécaniques ou sur la dégradation des fibres de verre ont déjà été recensés dans la littérature. Ces paramètres sont la forme du seuil d'injection, le type de moule, le type de matrice et la forme de la buse d'injection. L'effet de l'orientation des fibres de verre devra être générée par un moule spécifique et permettra par la suite de valider les modèles d'écoulement et les modèles micromécaniques existants.

Les fibres courtes ont un attrait certain seulement si les conditions d'opération permettent une préservation optimale de l'intégrité des fibres. Ceci ne se fera qu'à l'aide de modèle d'écoulement

permettant de prédire l'orientation finale des fibres mais dont on insérera un critère de dégradation des fibres. Ce type de modèle permettra de faire un choix plus adéquat des paramètres d'injection menant aux propriétés désirées.

RÉFÉRENCES

1. DENAULT, J., VU-KHANH, T., FOSTER, B. (1989). Tensile properties of injection molded long fiber thermoplastic composites. Polym. Comp., 10, 313.
2. CIANELLI, D., TRAVIS, J. E., BAILEY, R. S. (1988). How to process long-fiber reinforced thermoplastics. Plastics Technology, 34, 83.
3. VAXMAN, A., NARKIS, M., SIEGMANN, A., KENIG, S. (1989). Short-fiber-reinforced thermoplastics. Part III: effect of fiber length on rheological properties and fiber orientation. Polym. Comp., 10, 454.
4. CZARNECKI, L. et WHITE, J. L. (1980). Shear flow rheological properties, fiber damage, and mastication characteristics of aramid-, glass-, and cellulose-fiber-reinforced polystyrene melts. J. Appl. Polym. Sci., 25, 1217.
5. CHAN, Y., WHITE, J. L., OYANAGI, Y. (1978). Influence of glass fibers on the extrusion and injection molding characteristics of polyethylene and polystyrene melts. Polym. Eng. Sci., 18, 268.
6. FISA, B. (1985). Mechanical degradation of glass fibers during compounding with polypropylene. Polym. Comp., 6, 232.

7. BAILEY, R., KRAFT, H. (1987). A study of fibre attrition in the processing of long fibre reinforced thermoplastics. Int. Polym. Process., 2, 94.
8. AKAY, M. et BARKLAY, D. (1992). Jetting and fibre degradation in injection moulding of glass-fibre reinforced polyamides. J. Mater. Sci., 27, 5831.
9. FRANZÉN, B., KLASON, C., KUBAT, J., KITANO, T. (1989). Fibre degradation during processing of short fibre reinforced thermoplastics. Composites, 20, 65.
10. EHRHARDT, P. (1990). Étude de la dégradation des fibres lors de l'injection d'un polypropylène renforcé de fibres de verres longues. Mémoire de Maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Canada.
11. SCHWEIZER, R.A. (1982). Glass fiber length degradation in thermoplastics processing. Polym. Plast. Technol. Eng., 18, 81.
12. VON TURKOVITCH, R. et ERWIN, L. (1983). Fiber fracture in reinforced thermoplastic processing. Polym. Eng. Sci., 23, 743.
13. WANG, X., CLÉMENT, B., CARREAU, P. J., LAFLEUR, P. G. (1994). Extrudate roughness of high-density polyethylene and linear low-density polyethylene: determination of key parameters using screening design. Polym. Eng. Sci., 34, 1047.

14. BARBOSA, S. E. et KENNY, J. M. (1997). Analysis of the relationship between processing conditions-fiber orientation-final properties in short fiber reinforced polypropylene. ANTEC Technical Papers, 1855.
15. CHAMIS, C. C., SENDECKYJ, G. P. (1968). Critique on theories predicting thermoelastic properties of fibrous composites. J. Comp. Mater., 2, 332.
16. COX, H. L. (1952). The elasticity and strenght of paper and other fibrous materials. Brit. J. Appl. Phys., 3, 72.
17. HALPIN, J.C. (1984). Primer on Composite Materials: Analysis, Technomic Publishing Company, États-Unis.
18. KELLY, A., TYSON, W. R. (1965). Tensile properties of fibre-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum. J. Mech. Phys. Solids, 13, 329.
19. KELLY, A. (1966). Strong Solids, Clarendon Press, Oxford.
20. RILEY, V. R., REDDAWAY, J. L. (1968). Tensile strength and failure mechanics of fibre composites. J. Mater. Sci., 3, 41.
21. HANCOCK, P., CUTHBERTSON, R. C. (1970). The effect of fibre length and interfacial bond in glass fibre-epoxy resin composites. J. Mater. Sci., 5, 762.

22. CURTIS, P. T., BADER, M. G., BAILEY, J. E. (1978). The stiffness and strenght of a polyamide thermoplastic reinforced with glass and carbon fibres. J. Mater. Sci., 13, 377.
23. MATEEN, A., SHAMIM, A. (1990). Determination of fiber orientation factor and interfacial strenght of filler-matrix bond of hammer-milled glass-fiber reinforced polyurethane networks. J. Mater. Sci. Letters, 9, 281.
24. MITTAL, R. K., GUPTA, V. B., SHARMA, P. (1987). The effect of fiber orientation on the interfacial shear stress in short fiber-reinforced polypropylene. J. Mater. Sci., 22, 1949.
25. GUPTA, V.B., MITTAL, R. K., SHARMA, P. K., MENNIG, G., WOLTERS, J. (1989). Some studies on glass fiber-reinforced polypropylene. Part II: mechanical properties and their dependance on fiber length, interfacial adhesion and fiber dispersion. Polym. Comp., 10, 16.
26. BOWYER, W. H., BADER, M. G. (1972). On the reinforcement of thermoplastics by imperfectly aligned discontinuous fibres. J. Mater. Sci., 7, 1315.
27. FU, S.-Y., LAUKE, B. (1996). Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strenght of short-fiber-reinforced polymers. Comp. Sci. Tech., 56, 1179.

28. CHEN, C.-H., CHENG, C.-H. (1996). Effective elastic moduli of misoriented short-fiber composites. Int. J. Solids Structures, 33, 2519.
29. CHOY, C. L., LEUNG, W. P., KOWK, K. W., LAU FELIX, P. (1992). Elastic moduli and thermal conductivity of injection molded short fiber-reinforced thermoplastics. Polym. Comp., 13, 69.
30. SUBRAMANIAN, S. (1995). A micromechanics model for predicting the tensile strength of unidirectional metal matrix composites. Proc. ASM, 10th conf., Technomic publishing co., États-Unis, 63.
31. WHITNEY, J. M. (1995). Micro-mechanics model for determining the elastic constants of a short fiber unidirectional composite. Proc. ASM, 10th conf., Technomic publishing co., États-Unis, 43.
32. CARMAN, G. P., REIFSNIDER, K. L. (1992). Micromechanics of short-fiber composites. Comp. Sci. Tech., 43, 137.
33. CARROLL, D. R., DHARANI, L. R. (1996). Elastic properties of imperfectly bonded short fiber composites. Composite Structures, 35, 195.
34. WONG, F. C., AIT-KADI, A. (1995). Mechanical behavior of particulate composites: experiments and micromechanical predictions. J. Appl. Polym. Sci., 55, 263.

35. WONG, F. C., AIT-KADI, A. (1997). Analysis of particulate composite behaviour based on non-linear elasticity and modulus degradation theory. J. Mater. Sci., 32, 5019.
36. COUMANS, W.S. et HEIKENS, D. (1980). Dilatometer for use in tensile tests. Polymer, 21, 957.
37. NAQUI, S.I., ROBINSON, I. M. (1993). Review Tensile dilatometric studies of deformation in polymeric materials and their composites. J. Mater. Sci., 28, 1421.
38. HEIKENS, D., SJOERDSMA, S.D., COUMANS, W.J. (1981). A mathematical relation between volume strain, elongational strain and stress in homogeneous deformation. J. Mater. Sci., 16, 429.
39. PUKANSKY, B., VAN ES, M., MAURER, F. H. J., VÖRÖS, G. (1994). Micromechanical deformation in particulate filled thermoplastics: volume strain measurements. J. Mater. Sci., 29, 2350.
40. MAXWELL, M. A., YEE, A. F. (1981). The effect of strain rate on the toughening mechanisms of rubber-modified plastics. Polym. Eng. Sci., 21, 205.
41. MAITI, S. N., SHARMA, K. K. (1992). Studies on polypropylene composites filled with talc particles. J. Mater. Sci., 27, 4605.

42. TERMONIA, Y. (1992). Effect of strain rate on the mechanical properties of composites with a weak fibre/matrix interface. J. Mater. Sci., 27, 4378.
43. AGBOSSOU, A., MELE, P., ALBEROLA, N. (1994). Strain rate and coupling agent effects in discontinuous glass fiber reinforced polypropylene matrix. J. Comp. Mater., 28, 821.
44. DARLINGTON, M. W., MCGINLEY, P. L. (1975). Fibre orientation distribution in short fibre reinforced plastics. J. Mater. Sci. Letters, 10, 906.
45. SANOU, M., CHUNG, B., COHEN, C. (1985). Glass fiber-filles thermoplastics. II. Cavity filling and fiber orientation in injection molding. Polym. Eng. Sci., 25, 1008.
46. HASSELMAN, D. P. H., BHATT, H., DONALDSON, K. Y., THOMAS, R. J. Jr. (1992). Effect of fiber orientation and sample geometry on the effective thermal conductivity of a uniaxial carbon fiber-reinforced glass matrix composite. J. comp. Mater., 26, 2278.
47. LU, Y., DONALDSON, K. Y., HASSELMAN, D. P. H., THOMAS, R. J. Jr. (1995). Thermal conductivity of uniaxial coated cylindrically orthotropic fiber-reinforced composite with thermal barriers. J. Comp. Mater., 29, 1719.

48. DEMAÏN, A., ISSI, J.-P. (1993). The effect of fibre concentration on the thermal conductivity of a polycarbonate/pitch-based carbon fiber composite. J. Comp. Mater., 27, 668.
49. BIGG, D. M. (1986). Thermally conductive polymer compositions. Polym. Comp., 7, 125.
50. WETHERHOLD, R. C., WANG, J. (1994). Difficulties in the theories for predicting transverse thermal conductivity of continuous fiber composites. J. Comp. Mater., 28, 1491.
51. CHAWLA, K. K. (1987). Composite materials, science and engineering. Springer-Verlag, États-Unis.
52. SPRINGER, G. S., TSAI, S. W. (1967). Thermal conductivities of unidirectional materials. J. Comp. Mater., 1, 166.
53. HASHIN, Z. (1983). Analysis of composites materials - a survey. J. Appl. Mech., 50, 481.
54. RAYLEIGH, L. (1892). On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium. Phil. Mag., 34, 481.

55. FARMER, J. D., COVERT, E. E. (1993). Transverse thermal conductance of thermosetting composite materials during their cure. AIAA 34th SDM conference, 2337.
56. HAMILTON, R., CROSSOR, O. (1962). Thermal conductivity of heterogeneous two-component systems. Ind. Eng. Chem. Fundam., 1, 187.
57. NIELSEN, L. E. (1973). Thermal conductivity of particulate-filled polymers. J. Appl. Polym. Sci., 17, 3819.
58. ROCHA, A., ACRIVOS, A. (1973). On the effective thermal conductivity of dilute dispersions: general theory for inclusions of arbitrary shape. Quart. J. Mech. Appl. Math., 26, 217.
59. WILLIS, J. R. (1977). Bounds and self-consistent estimates for the overall properties of anisotropic composites. J. Mech. Phys. Solids, 25, 185.
60. NOMURA, S., CHOU, T.-W. (1980). Bounds on effective thermal conductivity of short fiber composites. J. Comp. Mater., 14, 120.
61. FRICKE, H. (1924). A mathematical treatment of the electric conductivity and capacity of disperse systems. I. The electric conductivity of a suspension of homogeneous spheroids. Phys. Rev., 24, 575.

62. HATTA, H., TAYA, M. (1985). Effective thermal conductivity of a misoriented short fiber composite. J. Appl. Phys., 58, 2478.
63. DUNN, M. L., TAYA, M. (1993). The effective thermal conductivity of composites with coated reinforcement and the application to imperfect interfaces. J. Appl. Phys., 73, 1711.
64. ESHELBY, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems. Proc. R. Soc. London, A241, 376.
65. MORI, T., TANAKA, K. (1973). Average stress in matrix and average elastic energy of material with misfitting inclusions. Acta. Metall., 21, 571.
66. BENVENISTE, Y., CHEN, T., DVORAK, G. J. (1990). The effective thermal conductivity of composites reinforced by coated cylindrically orthotropic fibers. J. Appl. Phys., 67, 2878.
67. CHEN, C.-H., WANG, Y.-C. (1996). Effective thermal conductivity of misoriented short-fiber reinforced thermoplastics. Mech. Mater., 23, 217.
68. DUNN, M.L., TAYA, M., HATTA, H., TAKEI, T., NAKAJIMA, Y. (1993). Thermal conductivity of hybrid short fiber composites. J. Comp. Mater., 27, 1493.

69. LOBO, H., COHEN, C. (1990). Measurement of thermal conductivity of polymer melts by the line-source method. Polym. Eng. Sci., 30, 65.
70. DORLOT, J.-M., BAÏLON, J.-P., MASOUNAVE, J. (1986). Propriétés physiques des polymères. Des Matériaux, EEPM, Montréal, 374.
71. RATCLIFFE, E. H. (1968). Thermal conductivity of glasses. Handbook of chemistry and physics, 49th edition, Chemical Rubber Co., New York, E6.
72. SONNEBORN, R. H., DIETZ, A. G. H., HEYSER, A. S. (1954). The properties of FRP. Fiberglass reinforced thermoplastics, Reinhold publishing corp., New York, 106.
73. Meddad *et al.* en préparation.

ANNEXE A

PLANS EXPÉRIMENTAUX STATISTIQUES

A.1 Origine

Désireux d'augmenter leur productivité, les industriels sont constamment à la recherche d'une démarche leur permettant d'atteindre un niveau maximal de connaissances et de compréhension de leur procédé et ceci avec un minimum d'essais. Seule la planification statistique d'expérience permet d'atteindre un tel niveau de connaissance.

Genichi Taguchi, statisticien japonais, fut un des premiers à implanter la planification statistique d'expérience au niveau industriel. Ces plans ont l'avantage d'être parfaitement adaptable aux procédés étudiés.

A.2 Applicabilité des plans expérimentaux

Les plans expérimentaux s'appliquent pratiquement à tout procédé ou phénomène dont on veut en comprendre les mécanismes. Les variables à l'étude peuvent être à la fois quantitative et/ou qualitative.

A.2.1 Avantages des plans expérimentaux

L'avantage fondamental des plans expérimentaux est la maximisation des connaissances avec le minimum d'essais. Ces plans expérimentaux permettent de rendre la production de biens insensibles aux variations de qualité des matériaux ainsi qu'aux variations lors de la fabrication de ceux-ci. Les phénomènes d'interaction peuvent être ciblés et leurs effets sur les variables de réponse contrôlés.

A.2.2 Inconvénients des plans expérimentaux

Les résultats et conclusions obtenus par le biais des plans expérimentaux sont difficilement extrapolable à d'autres procédés.

A.3 Méthodologie des plans expérimentaux

La planification statistique d'expériences repose sur les besoins de l'expérimentateur et du procédé. Lorsqu'un grand nombre de variables (6 à 30) agissent sur un processus peu connu, il convient d'effectuer d'abord un plan de tamisage. Ce type de plan permet de déterminer quels variables ont un effet important sur le processus.

Afin de comprendre et cerner les phénomènes d'interaction entre les variables, les plans d'interaction (3 à 8 variables) sont utilisés pour quantifier les effets couplés. Finalement, les plans d'optimisation (2 à 6 variables) sont utilisés pour déterminer l'effet linéaire ou non d'une ou plusieurs variables sur un procédé donné.

Le plan utilisé dans le cadre de cette étude est un plan à 5 facteurs (variables) en 16 essais permettant un niveau de résolution V. Les plans statistiques sont généralement orthogonaux, ce qui facilite le traitement des données. Pour qu'un plan soit orthogonal, deux conditions doivent être satisfaites. Premièrement, chacun des facteurs doit prendre autant de fois la modalité (+) que la modalité (-) et deuxièmement, la somme résultant de la multiplication de deux colonnes de facteurs doit donner zéro. À titre d'exemple, le tableau A.1 présente un plan à 8 essais et 5 facteurs avec tous les calculs nécessaires pour vérifier l'orthogonalité.

Tableau A.1 Plan à 8 essais orthogonal

Essais	Facteurs						
	A	B	C	D	E	A·D	D·E
1	+	+	+	+	+	+	+
2	+	-	+	-	+	-	-
3	+	+	-	+	-	+	-
4	+	-	-	-	-	-	+
5	-	-	-	+	+	-	+
6	-	-	+	+	-	-	-
7	-	+	-	-	+	+	-
8	-	+	+	-	-	+	+
$\sum \alpha_{ij}$	0	0	0	0	0	0	0

Les plans expérimentaux sont classés en différents niveau de résolution (voir le tableau A.2 pour la définition des niveaux de résolution) selon le nombre d'essai et le nombre de variables à l'étude.

Tableau A.2 Interprétation des niveaux de résolution

Niveau	Interprétation
II	Effets principaux confondus entre eux.
III	Effets principaux confondus avec des interactions doubles.
IV	Effets d'interaction doubles confondus entre eux et les effets principaux sont non-confondus entre eux et avec les interactions doubles.
V	Séparation des effets principaux et des interactions simples impliquant deux facteurs.
V+	Séparation de tous les effets.

Le tableau A.3 présente le niveau de résolution que l'on peut atteindre avec différents plans dont les variables prennent deux modalités.

Tableau A.3 Types de plan et niveau de résolution

Nombre d'essais	Nombre de facteurs (variables)									
	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
8	comp.	IV	III	III	III	-	-	-	-	-
16	-	comp.	V	IV	IV	III	III	III	III	III
32	-	-	comp.	V	V	V	V	V	IV	IV

A.3.1 Types de plans expérimentaux

Suite à la définition des plans présentés antérieurement, quelques auteurs ont proposé différents types de plan permettant une analyse similaire. Les plans les plus répandus sont les plans de Taguchi et les plans réfléchis. Les plans de Taguchi sont les plans orthogonaux classiques tels que présentés dans le cadre de cette étude. Les plans réfléchis sont quant à eux construits de manière à pouvoir débiter l'analyse des données après que la moitié des expériences ait été réalisées. Par exemple, sur un plan global de 8 essais, les 4 premiers essais sont un plan réfléchi du plan de base des 4 essais suivants. Une analyse préliminaire peut donc être effectuée après les 4 premiers essais et, le cas échéant, on peut effectuer les ajustements pour la poursuite des expériences suivantes.

A.3.2 Définitions des termes statistiques

Lorsque les essais sont complétés, l'analyse statistique pour déterminer la stabilité des résultats associés à chacun des essais ainsi que la détermination des effets principaux significatifs se fait de manière relativement simple. Cette section se veut en une simple définition des différents termes statistiques avec la façon de les calculer.

A.3.2.1 Contrastes

Un contraste est une valeur moyenne de la variation de la variable de réponses dû à un facteur donné pour l'ensemble des essais à l'étude lorsque ce facteur passe de la modalité (+) à la modalité

(-). La valeur d'un contraste donne déjà un premier aperçu de l'influence d'un facteur sur la variable de réponse. Un contraste est associé à chacun des facteurs à effets principaux confondus ou non avec des chaînes d'interaction. Le calcul de la valeur d'un contraste pour un facteur provenant d'un plan orthogonal se calcul comme suit:

$$\hat{C}_1 = \sum_{i=1}^k \alpha_{i1} \cdot \bar{Y}_i \quad (\text{A.1})$$

A.3.2.2 Somme des carrés associée à un contraste

La somme des carrés associée à un contraste représente la variance générée par un facteur (contraste) basé sur le nombre de réplication effectué pour chacun des essais. Il se calcul comme suit:

$$SS(\hat{C}_1) = \frac{n(\hat{C}_1)^2}{\sum (\alpha_j)^2} \quad (\text{A.2})$$

A.3.2.3 Demi-effet associé à un contraste

Le demi-effet est la variation de la valeur de la variable de réponse par rapport à sa valeur moyenne lorsque le facteur correspondant passe de la modalité (+) à la modalité (-). Le demi-effet associé à un contraste se calcule comme suit:

$$\beta = \frac{1}{2} \left(\frac{\bar{C}_1}{\sum_{\alpha_j \neq 0} \alpha_j} \right) \quad (\text{A.3})$$

On utilise seulement les demi-effets associés aux contrastes jugés significatifs pour construire les modèles statistique prédictif d'une variable de réponse donnée.

A.3.2.4 Stabilité des essais (critères ANOM et ANOVA)

ANOM (*Analysis of mean*) et ANOVA (*Analysis of variance*) sont deux anagrammes anglais qui représente deux analyses préliminaires à effectuer avant de poursuivre avec les tests de signification des contrastes (facteurs). Le premier test (ANOM) consiste à évaluer si il y a une différence significative entre les moyennes des réplifications effectuées pour chacun des essais du plan d'expérience. L'analyse de la variance (ANOVA) consiste à évaluer si la différence entre les moyennes n'est pas dû à une trop grande variabilité des résultats à l'intérieur d'un même essai. Les conditions ANOM et ANOVA doivent être satisfaites avant de poursuivre avec les tests de signification des contrastes. Tous les résultats obtenus à l'aide de plans expérimentaux statistiques présentés dans cette étude sont stables statistiquement avec un degré de confiance de 10%.

A.3.2.5 Test de signification des contrastes

Pour déterminer les facteurs ayant une incidence significative sur la variation de la variable de réponse, il faut effectuer un test statistique de Fischer. Ce test consiste à poser comme hypothèse que la valeur d'un contraste est nul. On rejettera cette hypothèse si le ratio F de Fischer (ratio de la somme des carrés associé à un contraste sur la variance totale des essais) est plus grand que la valeur limite d'une distribution de Fischer $F_{1, v, \alpha}$ de degré de liberté $v=k(n-1)$ avec un degré de confiance α . Les facteurs (contrastes) jugés significatifs sont donc utilisés par la suite pour bâtir les modèles statistiques prédictifs.

ANNEXE B Calculs statistiques reliés à la dégradation des fibres

Contrôle	A	B	ab	D	ad	bd	ah	H	ah	bh	do	ah	bo	ao	O	Var	s	Variance	Ln int	Ln (lm)
Essai	Princ	Princ		Princ	int	int	int	Princ	int	int	int	int	int	int	Princ					
1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	15,8	15,8	250,4	45,3	29,5
5	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	10,7	21,9	480,8	54,2	43,5
10	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	41,4	19,8	360,2	66,3	24,9
4	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	0,0	50,7	2568,7	82,6	87,1
9	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	14,8	28,3	803,5	66,3	51,5
15	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	17,9	40,9	1669,8	82,6	64,7
11	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	18,5	15,4	237,8	45,3	26,8
3	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	17,4	19,9	398,0	54,2	36,8
6	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	14,6	18,4	337,7	45,3	30,7
13	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	8,4	24,2	596,2	54,2	47,8
16	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	23,5	24,4	593,0	66,3	42,8
12	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	9,2	47,2	2226,4	82,6	73,4
7	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	18,0	32,0	1026,6	66,3	48,3
14	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	18,2	48,4	2338,3	82,6	64,4
8	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	14,0	19,1	365,4	45,3	31,3
2	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	8,4	23,5	553,7	54,2	47,8
Tota (A) : Tmoule (B) Taille des fibres (D) Vitesse d'injection (H) Conc. vol. (O)																				
	A	B	ab	D	ad	bd	ah	H	ah	bh	do	ah	bo	ao	O					
Contrôle	-38	-3	4	38	-18	22	14	54	27	34	36	-44	-33	-15	-74	15,4	28,1	626,8		
D	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8					
TA	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16					
SSOm	42,9	0,3	0,6	96,0	15,6	30,8	12,3	185,0	44,2	71,4	57,8	252,8	60,7	13,3	348,0					
Beta	-1,638	-0,14	0,22	2,450	-0,99	1,388	0,875	3,40	1,663	2,11	1,90	-3,975	-2,068	-0,912	-4,650					
F	0,90	0,01	0,02	2,0	0,33	0,65	0,26	3,87	0,93	1,5	1,2	5,25	1,48	0,28	7,2					
PetitSS	(47,75)																			

**ANNEXE C Paramètres de la fonction cumulative de Weibull à 3 paramètres
et concentration volumique pour les 16 essais**

$$F(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x - x_0 + b \cdot \ln(2)^{\frac{1}{c}}}{b}\right)^c}$$

Essais	b	c	x ₀	Concentration volumique (%)
1	18.74	1.281	25.39	19.39
2	39.14	1.685	43.50	4.30
3	27.43	1.478	32.47	4.58
4	92.74	1.799	78.87	4.72
5	32.63	1.585	39.59	5.06
6	25.51	1.470	26.62	12.82
7	41.45	1.501	41.46	13.34
8	29.07	1.529	27.53	15.75
9	46.79	1.769	46.35	13.17
10	15.83	0.917	18.59	11.46
11	19.24	1.362	23.16	11.60
12	62.37	1.351	62.01	5.37
13	36.50	1.598	43.22	4.62
14	53.56	1.335	52.99	2.63
15	47.49	1.294	53.98	3.92
16	32.39	1.392	37.19	13.86

ANNEXE D Calculs statistiques reliés aux propriétés mécaniques en tension

Module en tension

Cont.	A	B	ab	D	ad	bd	ah	H	ah	bh	da	dh	ba	ao	O	Module	σ	Var									
#	Princ.	Princ.	ent.	Princ.	ent.	ent.	ent.	Princ.	ent.	ent.	ent.	ent.	ent.	ent.	Princ.	(Ops)											
1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	6.62	0.137	0.019									
5	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	4.59	0.129	0.017									
10	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	5.36	0.223	0.050									
4	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	4.39	0.097	0.097									
9	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	5.71	0.078	0.006									
15	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	4.60	0.136	0.018									
11	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	6.91	0.318	0.101									
3	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	4.41	0.143	0.020									
6	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	5.80	0.368	0.136									
13	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	3.85	0.206	0.043									
16	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	5.40	0.089	0.008									
12	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	4.40	0.020	0.000									
7	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	5.54	0.164	0.027									
14	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	4.26	0.143	0.021									
8	1	-1	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	-1	6.18	0.121	0.015									
2	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	4.30	0.034	0.001									
																82.30	2.406	0.578									
Tvis (A)		Tvisde (B)		Taille des fibres (D)				Vitesse d'injection (H)								Canc. vel. (O)		82.30	2.406	0.578							
A		B		ab		D		ad		bd		ah		bh		da		dh		ba		ao		O		Moyenne (Mod. σ , Var)	
Cont.	-2.85	-6.16	1.49	-3.01	-1.95	-1.30	0.37	-8.01	0.68	-0.90	-4.00	0.80	0.41	-0.50	-12.72	5.14	0.150	0.036									
D	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
TA	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
SSCm	2.543	0.008	0.691	2.829	1.185	0.529	0.043	0.000	0.145	0.253	4.990	0.202	0.052	0.079	50.545												
Beta	-0.18	-0.01	0.09	-0.19	-0.12	-0.08	0.02	0.00	0.04	-0.06	-0.25	0.05	0.03	-0.03	-0.79												
MS	2.543	0.008	0.691	2.829	1.185	0.529	0.043	0.000	0.145	0.253	4.990	0.202	0.052	0.079	50.54												
F	70.34	0.23	19.13	78.26	32.77	14.63	1.20	0.00	4.00	7.07	138.02	5.59	1.45	2.19	1598.1												

ANNEXE E Calculs statistiques et résultats en flexion

Cont.	A	B	ab	D	ad	bd	ah	H	ah	bh	da	dh	ba	ao	O	E Flex	s	Viv
#	Princ.	Princ.	int.	Princ.	int.	int.	int.	Princ.	int.	int.	int.	int.	int.	int.	Princ.	Gps		
1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	6.980	0.380	0.162
5	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	3.790	0.110	0.012
10	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	3.770	0.200	0.040
4	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	3.280	0.120	0.014
9	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	4.310	0.750	0.583
15	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	3.580	0.180	0.036
11	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	6.370	0.480	0.212
3	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	3.330	0.180	0.036
6	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	5.980	0.380	0.144
13	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	3.580	0.340	0.116
16	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	4.370	0.420	0.178
12	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	3.450	0.240	0.058
7	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	4.880	0.420	0.178
14	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	3.180	0.170	0.028
8	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	5.580	0.640	0.410
2	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	3.840	0.120	0.014
																88.28 5.140 2.188		
																Moyenne (Mod. s. Var)		
Cont.	1.55	-0.38	-0.07	-0.77	-0.28	-1.63	-2.11	-1.53	1.15	-1.55	-4.38	0.15	0.11	1.21	-12.11	4.268	0.321	0.137
D	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6			
TA	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2			
SSCm	0.751	0.048	0.002	14.323	0.028	0.830	1.381	1.184	0.413	0.751	6.023	0.007	0.004	0.458	45.828			
Beta	0.10	-0.02	0.00	-0.42	-0.02	-0.10	-0.13	-0.12	0.07	-0.10	-0.27	0.01	0.01	0.08	-0.78			
MS	0.751	0.048	0.002	14.323	0.028	0.830	1.381	1.184	0.413	0.751	6.023	0.007	0.004	0.458	45.83			
F	5.48	0.36	0.01	104.73	0.18	6.07	10.17	8.51	3.02	5.48	44.04	0.05	0.03	3.35	335.10			