



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO

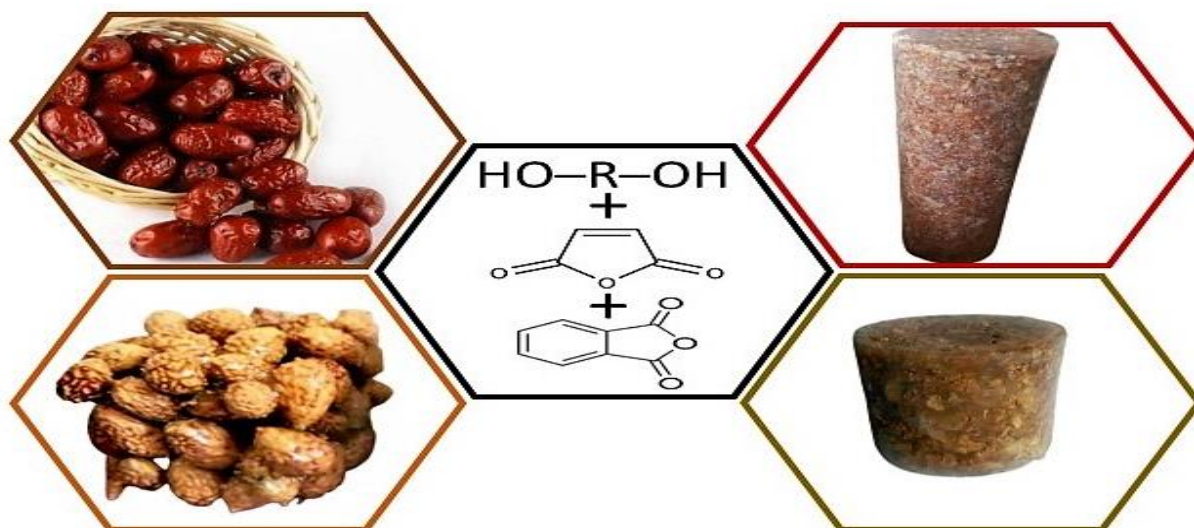
ECOLE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE D'ANTANANARIVO

MENTION SCIENCE ET INGENIERIE DES MATERIAUX



Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de MASTER  
titre INGENIEUR en Science et Ingénierie des Matériaux

**« VALORISATION DES SOUS-PRODUITS  
AGRONOMIQUES : FABRICATION DES MATERIAUX  
COMPOSITES A BASE DE POLYESTER INSATURE  
ET DE NOYAUX DE JUJUBE »**



**Présenté par** : Mademoiselle RABESOLO Anjaranandrainaina Murielle

**Soutenu le** : 11 Novembre 2021

**Encadreur** : Madame RASOATAHINJANAHARY Harivola, Maître Assistant

**Année universitaire** : 2020-2021

**Promotion** : 2019



**UNIVERSITE D'ANTANANARIVO**

**ECOLE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE D'ANTANANARIVO**

**MENTION SCIENCE ET INGENIERIE DES MATERIAUX**



**Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de MASTER  
titre INGENIEUR en Science et Ingénierie des Matériaux**

**« VALORISATION DES SOUS-PRODUITS  
AGRONOMIQUES : FABRICATION DES MATERIAUX  
COMPOSITES A BASE DE POLYESTER INSATURE  
ET DE NOYAUX DE JUJUBE »**

**Présenté par :** Mademoiselle RABESOLO Anjaranandrandraina Murielle

**Soutenu le :** 11 Novembre 2021

**Les membres du jury :** -Président du jury : Docteur RANARIVELO Michel, Maître de  
Conférences

-Encadreur : Madame RASOATAHINJANAHARY Harivola, Maître  
Assistant

-Examineurs : -Madame RAFARAMALALA Nalaminjanahary  
Georgette, Maître Assistant

- Docteur RATSIMBAZAFY Hery Mikaela, Maître  
de Conférences

- Monsieur KOERA Rasoloniaina Antoine, Maître  
Assistant

**Année universitaire :** 2020-2021

**Promotion :** 2019

*« En effet, nous ne pouvons prétendre  
en aucune façon être capable  
d'accomplir une telle œuvre par nous-  
mêmes. Ce que nous sommes  
capables de faire vient de DIEU. »*

*2 Corinthiens 3 : 5*

## TENY FISAORANA

Voalohany indrindra dia atolotro an'Andriamanitra ny saotra noho ny fitiavany, ny fahatsaràny ary ny famindrampony tsy misy fetra, ny amin'ny nanomezany hery sy nanohanany ahy nandritra ny fanatanterahana ity fikarohana ity. Tsy tanteraka izany raha tsy teo Izy.

Ankasitrahako manokana ihany koa ireto olona manaraka ireto, tamin'ny fanampiana nataony :

- Andriamatoa RAKOTOSAONA Rijalalaina, « Professeur Titulaire », Talen'ny Sekoly Ambony Pôliteknika eto Antananarivo ;
- Ramatoa RANDRIANARISON Mino Patricia, « Maître de Conférences », Tompon'andraikitra voalohan'ny sampana « Science et Ingénierie des Matériaux ».
- Andriamatoa RANARIVELO Michel, « Maître de Conférences », filohan'ny mpitsara ity fikarohana ity.
- Ramatoa RAFARAMALALA Nalaminjanahary Georgette, « Maître Assistant » sy Andriamatoa RATSIMBAZAFY Hery Mikaela, « Maître de Conférences » ary Andriamatoa KOERA Rasoloniaina Antoine, « Maître Assistant », mpitsara ity fikarohana ity.
- Ramatoa RASOATAHINJANAHARY Harivola, « Maître Assistant », mpanoro lalana ity fikarohana ity, fa na dia maro aza ny andraikitra sahaniny, dia nahafoy fotoana hatrany izy nanampy sy nanolo-kevitra ahy.

Misaotra ny mpandraharaha sy ny mpampianatra rehetra eto anivon'ny Sekoly Ambony Pôliteknika eto Antananarivo ihany koa, izay tena naneho fahafoizan-tena tamin'ny fizarany ny traikefany sy ny fahaiza manaony.

Fisaorana manokana koa no atolotro an'Andriamatoa RANDRIANTSEHENO Jean, tomponandraika ao amin'ny « Laboratoire matériaux du Bloc Technique Ankatso » noho ny fandraisany nahafa-po sy ny fananany fotoana hatrany nanampiana tamin'ny fanatontosana ity fikarohana ity.

Ny fianakaviako izay nitàna andraikitra lehibe, dia mendrika fankasitrahana miavaka, indrindra fa :

- Ny Raiko RABESOLO Gilbert, izay tsy nitsahatra nanohana ahy. Andriamanitra anie hanatanteraka ny fanirianao dia ny mba hahatonga ny zanakao ho amin'ny tanjona irianao.

- Ny Reniko RASOANATOANDRO Jeanie Claire : vehivavy mahery fo. Indro ny vokatry ny fikelezanao aina. Andriamanitra mahefa ny zava-drehetra anie hanantanteraka hatrany ny tonom-bavakao.

- Ny Nenitoa sy Dadatoako, noho ny fandavan-tenanany tamin'ny fanampiana sy ny fankaherezana ahy, Andriamanitra manakarem-pahasoavana anie hanonitra ny vitanareo.

- I Tanjona anadahiko sy Rotsy rahavaviko izay nanohana ahy hatrany nandritra ny fanatontosana ity fikarohana ity. Andriamanitra anie hanatanteraka ny fanirianareo rehetra.

Farany, isaorako avokoa ny namako rehetra, izay nanampy an-tsitraro ary nitondra fifaliana hatrany.

Mankasitraka feno anareo rehetra !!

## REMERCIEMENTS

En premier lieu, je rends grâce à Dieu Tout Puissant pour son amour inconditionnel, sa bonté et sa grâce infinie, de m'avoir donné la force et le soutien durant la réalisation de ce mémoire. Ce projet n'aurait pas été réalisable sans Lui.

Je tiens à remercier également toutes les personnes qui m'ont soutenue, de près et de loin, en particulier :

- Professeur RAKOTOSAONA Rijalalaina, Directeur de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo
- Docteur RANDRIANARISON Mino Patricia, Maître de Conférences, Chef de la mention Science et Ingénierie des Matériaux.
- Docteur RANARIVELO Michel, Maître de Conférences, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant d'être le président du jury de ce mémoire.
- Madame RAFARAMALALA Nalaminjanahary Georgette, Maître Assistant ; Docteur RATSIMBAZAFY Hery Mikaela, Maître de Conférences et Monsieur KOERA Rasoloniaina Antoine, Maître Assistant pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être les membres du jury.
- Madame RASOATAHINJANAHARY Harivola, Maître Assistant, pour avoir accepté d'être l'encadreur de ce mémoire, je la remercie pour sa direction, ses conseils judicieux et précieux et son entière disponibilité tout au long de ce travail malgré ses lourdes responsabilités.

Je remercie tous les personnels administratifs et enseignants de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo qui ont fait preuve de compétence, de savoir-faire et d'abnégation.

Je tiens aussi à remercier monsieur RANDRIANTSEHENO Jean, responsable du laboratoire matériaux du Bloc Technique Ankatso pour son accueil, disponibilité, sa bonne humeur permanente et sa contribution au succès de ce mémoire.

Ma famille qui a occupé une place importante dans la réalisation de ce projet, mérite une mention spéciale en particulier :

- Mon père RABESOLO Gilbert, pour ton soutien quotidien. Le Seigneur réalise ton désir de voir tes enfants évoluer.

- Ma mère RASOANATOANDRO Jeanie Claire : femme combattante, voici le fruit de tes multiples efforts. Le Seigneur Dieu tout puissant écoute et exauce de plus en plus tes prières.

- Mes tantes et mes oncles, pour leurs bonnes volontés, leurs précieuses contributions et leurs encouragements pendant la réalisation de ce travail, que Dieu vous les rende.

- Mon frère Tanjona et ma sœur Rotsy qui m'ont toujours soutenue tout au long de ce travail. Que Dieu exauce vos rêves.

Pour finir, je voudrais remercier tous mes amis, ils m'ont également apporté leur contribution volontaire, leur réconfort et leur bonne humeur au quotidien.

Infiniment merci à tous !!

# SOMMAIRE

TENY FISAORANA

REMERCIEMENTS

SOMMAIRE

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES PHOTOS

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE

PARTIE I : ETUDES BIBLIOGRAPHIQUES

Chapitre I : GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

Chapitre II : ETUDE D'UN CAS PARTICULIER D'UNE MATRICE : LES POLYESTERS INSATURES (UP)

Chapitre III : LE ZIZIPHUS JUJUBA

PARTIE II : ETUDES EXPERIMENTALES

Chapitre IV. IDENTIFICATION DES MATIERES PREMIERES

Chapitre V : FABRICATION DE COMPOSITES A BASE DE NOYAUX DE JUJUBE ET DE POLYESTER INSATURE

Chapitre VI : CARACTERISTIQUES DES COMPOSITES A BASE DE NOYAU DE JUJUBE ET DE RESINE POLYESTER

Chapitre VII : APPROCHE SUR LES IMPACTS SOCIO-ECONOMIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX

CONCLUSION GENERALE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES WEBOGRAPHIQUES

ANNEXES

RESUME

## LISTE DES FIGURES

|                                                                                                                                                                                                   |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Figure 1</b> : Des matériaux transformés.....                                                                                                                                                  | 4  |
| <b>Figure 2</b> : Quelques principales propriétés des matériaux .....                                                                                                                             | 5  |
| <b>Figure 3</b> : Aptitudes au façonnage des trois grandes familles des matériaux .....                                                                                                           | 8  |
| <b>Figure 4</b> : Les deux constituants principaux d'un matériau composite .....                                                                                                                  | 11 |
| <b>Figure 5</b> : Composition générale d'un matériau composite .....                                                                                                                              | 12 |
| <b>Figure 6</b> : Classification schématique des différents types de composites .....                                                                                                             | 13 |
| <b>Figure 7</b> : Les structures géométriques des composites : (a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules .....                                                                       | 14 |
| <b>Figure 8</b> : Illustration de composite :.....                                                                                                                                                | 14 |
| <b>Figure 9</b> : Différentes types de matrice .....                                                                                                                                              | 18 |
| <b>Figure 10</b> : Structure moléculaire du PET .....                                                                                                                                             | 24 |
| <b>Figure 11</b> : Exemples de structure moléculaire des polymères dérivés de l'éthylène .....                                                                                                    | 24 |
| <b>Figure 12</b> : Structures moléculaires : (a) d'un polymère thermoplastique, (b) d'un polymère thermodurcissable .....                                                                         | 30 |
| <b>Figure 13</b> : Le rôle de l'interface sur la ténacité des composites : lorsqu'une fissure atteint l'interface (a), elle est déviée (b) .....                                                  | 36 |
| <b>Figure 14</b> : Synthèse du prépolymère polyester insaturé issu de l'addition d'un glycol sur l'anhydride maléique .....                                                                       | 39 |
| <b>Figure 15</b> : Synthèse du prépolymère polyester insaturé issu de l'addition d'un éthanediol-1, 2 sur l'anhydride maléiques .....                                                             | 39 |
| <b>Figure 16</b> : Styrène .....                                                                                                                                                                  | 40 |
| <b>Figure 17</b> : Réaction de polycondensation de la résine UP orthophtalique .....                                                                                                              | 42 |
| <b>Figure 18</b> : Acide isophtalique .....                                                                                                                                                       | 43 |
| <b>Figure 19</b> : Schéma du développement durable .....                                                                                                                                          | 49 |
| <b>Figure 20</b> : Nuisances environnementales des déchets .....                                                                                                                                  | 51 |
| <b>Figure 21</b> : Histogramme montrant la variation de la masse volumique en fonction d'aspect des noyaux .....                                                                                  | 69 |
| <b>Figure 22</b> : Formule semi-développée Peroxyde de méthylethylcétone .....                                                                                                                    | 70 |
| <b>Figure 23</b> : Processus de fabrication de composites à base de noyaux de jujube et de polyester insaturé .....                                                                               | 72 |
| <b>Figure 24</b> : Histogramme montrant la variation de la masse volumique du <b>composite noyau entier de jujube - polyester</b> en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange. ....    | 79 |
| <b>Figure 25</b> : Histogramme montrant la variation de la masse volumique du <b>composite noyau concassé de jujube - polyester</b> en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange. ....  | 80 |
| <b>Figure 26</b> : Histogramme montrant la variation de la masse volumique du composite <b>noyau en poudre de jujube - polyester</b> en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange. .... | 81 |
| <b>Figure 27</b> : Principe de l'essai de compression .....                                                                                                                                       | 83 |
| <b>Figure 28</b> : Histogramme de la résistance à la compression du composite <b>noyau entier</b> de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....                | 85 |
| <b>Figure 29</b> : Histogramme de la résistance à la compression du composite <b>noyau concassé</b> de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....              | 85 |
| <b>Figure 30</b> : Histogramme de la résistance à la compression du composite noyau en poudre de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....                    | 86 |
| <b>Figure 31</b> : Principe de l'essai de flexion .....                                                                                                                                           | 87 |

|                                                                                                                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Figure 32</b> : Histogramme de la résistance à la flexion du composite <b>noyau entier</b> de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....                | 88 |
| <b>Figure 33</b> : Histogramme de la résistance à la flexion du composite <b>noyau concassé</b> de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....              | 89 |
| <b>Figure 34</b> : Histogramme de la résistance à la flexion du composite <b>noyau en poudre</b> de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....             | 89 |
| <b>Figure 35</b> : Histogramme montrant l'évolution du taux d'humidité du composite <b>noyau entier</b> de jujube - polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....    | 92 |
| <b>Figure 36</b> : Histogramme montrant l'évolution du taux d'humidité du composite <b>noyau concassé</b> de jujube - polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange .....  | 92 |
| <b>Figure 37</b> : Histogramme montrant l'évolution du taux d'humidité du composite <b>noyau en poudre</b> de jujube - polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange ..... | 93 |

## LISTE DES TABLEAUX

|                                                                                                                                                 |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Tableau 1:</b> Représentants de chaque famille de matériaux .....                                                                            | 6  |
| <b>Tableau 2:</b> Propriétés caractéristiques de chaque famille de matériaux.....                                                               | 6  |
| <b>Tableau 3 :</b> Exemples de matériaux composites, pris au sens large .....                                                                   | 19 |
| <b>Tableau 4:</b> Principales propriétés des matrices Thermodurcissables et Thermoplastiques.....                                               | 31 |
| <b>Tableau 5:</b> Propriétés mécaniques des résines .....                                                                                       | 32 |
| <b>Tableau 6 :</b> Propriétés physiques des résines polyesters .....                                                                            | 44 |
| <b>Tableau 7 :</b> Propriétés mécaniques des résines polyesters .....                                                                           | 45 |
| <b>Tableau 8 :</b> Avantages et inconvénients des résines polyesters insaturés .....                                                            | 47 |
| <b>Tableau 9 :</b> Valeur nutritive du jujube .....                                                                                             | 59 |
| <b>Tableau 10 :</b> Pesage consécutif des noyaux et des graines .....                                                                           | 67 |
| <b>Tableau 11 :</b> Masse volumique apparente des noyaux de jujube .....                                                                        | 68 |
| <b>Tableau 12 :</b> Quelques caractéristiques physico-chimiques du Péroxyde de méthyléthylcétone.....                                           | 71 |
| <b>Tableau 13 :</b> Masses volumiques du Polyester insaturé orthophtalique et du Péroxyde de méthyléthylcétone .....                            | 71 |
| <b>Tableau 14 :</b> Formulations des matières premières en pourcentage massique.....                                                            | 74 |
| <b>Tableau 15 :</b> Masse volumique apparente du composite <b>noyau entier</b> de jujube - polyester suivant les proportions utilisées .....    | 79 |
| <b>Tableau 16 :</b> Masse volumique apparente du composite <b>noyau concassé</b> de jujube - polyester suivant les proportions utilisées.....   | 80 |
| <b>Tableau 17 :</b> Masse volumique apparente du composite <b>noyau en poudre de jujube - polyester</b> suivant les proportions utilisées ..... | 80 |
| <b>Tableau 18 :</b> Valeurs des charges maximales suivant les proportions utilisées .....                                                       | 84 |
| <b>Tableau 19 :</b> Valeurs des résistances à la compression suivant les proportions utilisées .....                                            | 84 |
| <b>Tableau 20 :</b> Valeurs des résistances à la flexion suivant les proportions utilisées .....                                                | 88 |
| <b>Tableau 21 :</b> Masses des échantillons avant l’immersion .....                                                                             | 91 |
| <b>Tableau 22:</b> Masses des échantillons après l’immersion .....                                                                              | 91 |
| <b>Tableau 23:</b> Taux d’humidité .....                                                                                                        | 91 |
| <b>Tableau 24 :</b> Tableau récapitulatif du coût de réalisation .....                                                                          | 96 |
| <b>Tableau 25:</b> Tenue de sécurité.....                                                                                                       | 99 |

## LISTE DES PHOTOS

|                                                                                                                                                |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Photo 1 :</b> Des matériaux disponibles dans la nature .....                                                                                | 3  |
| <b>Photo 2 :</b> Exemples de matériaux composites : (a) un torchis, (b) un béton armé, (c) du bois vu au microscope optique .....              | 9  |
| <b>Photo 3:</b> Les constituants d'un béton armé : (a) le béton seul (qui est lui-même un multi-matériau), (b) les armatures métalliques ..... | 17 |
| <b>Photo 4:</b> Quelques applications des CMC : (a) la tuyère d'un moteur spatial,.....                                                        | 21 |
| <b>Photo 5:</b> Exemples d'applications des composites à matrice métallique .....                                                              | 22 |
| <b>Photo 6:</b> Quelques applications des CMO "haute performance" : .....                                                                      | 23 |
| <b>Photo 7:</b> Exemples d'élastomère .....                                                                                                    | 25 |
| <b>Photo 8 :</b> Exemple de plastique fabriqué par le PET .....                                                                                | 26 |
| <b>Photo 9 :</b> Exemple de plastique fabriqué par PEBD .....                                                                                  | 27 |
| <b>Photo 10:</b> Exemple de plastique fabriqué par le PEHD .....                                                                               | 27 |
| <b>Photo 11:</b> Exemples de thermodurcissable .....                                                                                           | 28 |
| <b>Photo 12:</b> Exemple de plastique fabriqué par le PUR .....                                                                                | 28 |
| <b>Photo 13:</b> Exemple de plastique fabriqué par le polyester insaturé .....                                                                 | 29 |
| <b>Photo 14:</b> Exemples de charges utilisées : (a) microbilles de verre, (b) noir de carbone, (c) silice .....                               | 33 |
| <b>Photo 15 :</b> Aspect du jujubier .....                                                                                                     | 54 |
| <b>Photo 16 :</b> Feuilles du jujubier .....                                                                                                   | 55 |
| <b>Photo 17 :</b> Différents aspects du jujubier .....                                                                                         | 56 |
| <b>Photo 18 :</b> (a) Jujube vert, (b) Jujube mûr, (c) Jujubes séchés .....                                                                    | 56 |
| <b>Photo 19 :</b> Noyau de jujube entier, concassé et broyé en poudre .....                                                                    | 73 |
| <b>Photo 20 :</b> Aspect des composites à 80% de noyaux entiers et concassés avec 20% de polyester.....                                        | 76 |
| <b>Photo 21 :</b> Aspect des composites à 60% de noyaux entiers et concassés avec 40% de polyester.....                                        | 76 |
| <b>Photo 22 :</b> Aspect des composites à 40% de noyaux entiers et concassés avec 60% de polyester.....                                        | 77 |
| <b>Photo 23 :</b> Aspect des composites à 80%, 60%, 40%, de noyaux en poudre .....                                                             | 77 |
| <b>Photo 24 :</b> Variation de la couleur des composites noyau de jujube – polyester a) entiers, b) concassés, c) broyés en poudre .....       | 78 |
| <b>Photo 25 :</b> Machine « TESTWELL » .....                                                                                                   | 82 |
| <b>Photo 26 :</b> Partie de la machine « Testwell » pour l'essai de compression .....                                                          | 83 |
| <b>Photo 27 :</b> Partie de la machine « Testwell » pour l'essai de flexion .....                                                              | 87 |
| <b>Photo 28 :</b> Test d'humidité .....                                                                                                        | 91 |

## LISTE DES ABREVIATIONS

**CMC** : Composites à matrice céramique

**CMED** : Commission Mondiale sur l'Environnement et le Développement

**CMM** : Composites à matrice métallique

**CMO** : Composites à matrice organique

**FM** : Formaldéhyde de mélamine

**GD** : Grande diffusion

**H.P** : Hautes performances

**IT** : Indice de thixotropie

**NH<sub>3</sub>** : Ammoniac

**PBe** : Péroxyde de benzoyle

**PE** : Polyéthylène

**PEBD** : Polyéthylène Basse Densité

**PEHD** : Polyéthylène Haute Densité

**PET** : Polyéthylène téréphtalate

**PME** : Petites et Moyennes Entreprises

**PMec** : Péroxyde de méthylethylcétone

**PUR** : Polyuréthanes

**SO<sub>2</sub>** : Dioxyde de soufre

**TH** : Taux d'humidité

**TP** : Thermoplastiques

**UP** : Unsaturated Polyester

## INTRODUCTION GENERALE

Le Jujubier est un arbre originaire de l'Asie centrale et du nord-ouest de l'Himalaya, et est cultivé en Chine depuis plus de 4000ans mais aujourd'hui cultivé dans toutes les régions méditerranéennes, tropicales et subtropicales du monde. En Afrique, il est très répandu dans les zones arides et semi arides.

A Madagascar, cette plante est très abondante mais très mal exploitée et ses principaux atouts sont inconnus par la majorité de la population. Or, cet arbre possède plusieurs vertus alimentaires, médicales, agronomiques et environnementales. Toutes les parties de la plante peuvent être valorisées mais jusqu'à maintenant, les noyaux des graines ou les graines séchées sont toujours considérées comme des déchets qui empoisonnent l'environnement (odeur de pourriture...)

Or, durant quelques années, la protection de l'environnement s'est imposée comme une donnée fondamentale à prendre en compte dans le processus de développement économique et social dans lequel s'est engagé Madagascar.

La transformation des noyaux des graines pour les valoriser est donc très intéressante car si elle est bien exploitée, elle constitue un véritable potentiel économique.

C'est pour cette raison que nous avons choisi une piste prometteuse par l'utilisation des noyaux de jujube à la fabrication de matériaux composites.

En outre, les matériaux composites se développent aujourd'hui dans pratiquement tous les domaines et sont à l'origine de formidables challenges dans diverses réalisations de hautes technologies.

Au niveau mondial, le marché des matériaux composites est un marché en croissance importante.

Ce marché se répartit en valeur à raison de 40 % en Amérique du Nord, 31% en Europe et 29 % en Asie. Les composites à matrice thermodurcissable représentent environ 70 % des composites transformés en Europe.

Au regard des problèmes et nécessités évoqués, nous avons choisi : « **Valorisation des sous-produits agronomiques : fabrication des matériaux composites à base de polyester insaturé et de noyaux de Jujube** » comme thème d'étude dans le présent mémoire, qui vise à mettre en valeur les graines de jujube considérés comme des déchets.

Nous choisissons le polyester insaturé comme matrice du composite à étudier à cause de ses nombreux avantages : la facilité de sa mise en œuvre, la productivité et la réduction de ses coûts.

Pour atteindre ces objectifs, le présent mémoire s'articule alors autour de deux parties.

La première partie sera consacrée à la revue bibliographique relative aux généralités sur :

- les Matériaux Composites,
- le Ziziphus Jujuba, un des genres de jujubier que nous avons utilisé dans notre étude, et ses différentes vertus,
- un rappel sur la résine Polyester Insaturé (UP).

Dans la deuxième partie, nous mettrons en place l'élaboration des Matériaux Composites à base de noyaux de jujube et de polyester insaturé, ainsi que nos expérimentations en laboratoire technique relatives à la détermination des propriétés physico-mécaniques des composites élaborés. Nous terminons notre recherche sur l'étude des impacts socio-économiques et environnementaux de la réalisation de cette recherche.

**PARTIE I :**

**ETUDES**

**BIBLIOGRAPHIQUES**

# Chapitre I : GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

## I.1. LES MATERIAUX [1] [2] [3]

### I.1.1. GENERALITES

Avant de fabriquer les pièces d'un produit, on doit choisir un matériau. Il existe de nombreux matériaux, mais chacun est unique par les caractéristiques qu'il présente.

On choisit celui dont les caractéristiques permettent de **vérifier** le maximum de **fonctions techniques** nécessaires.

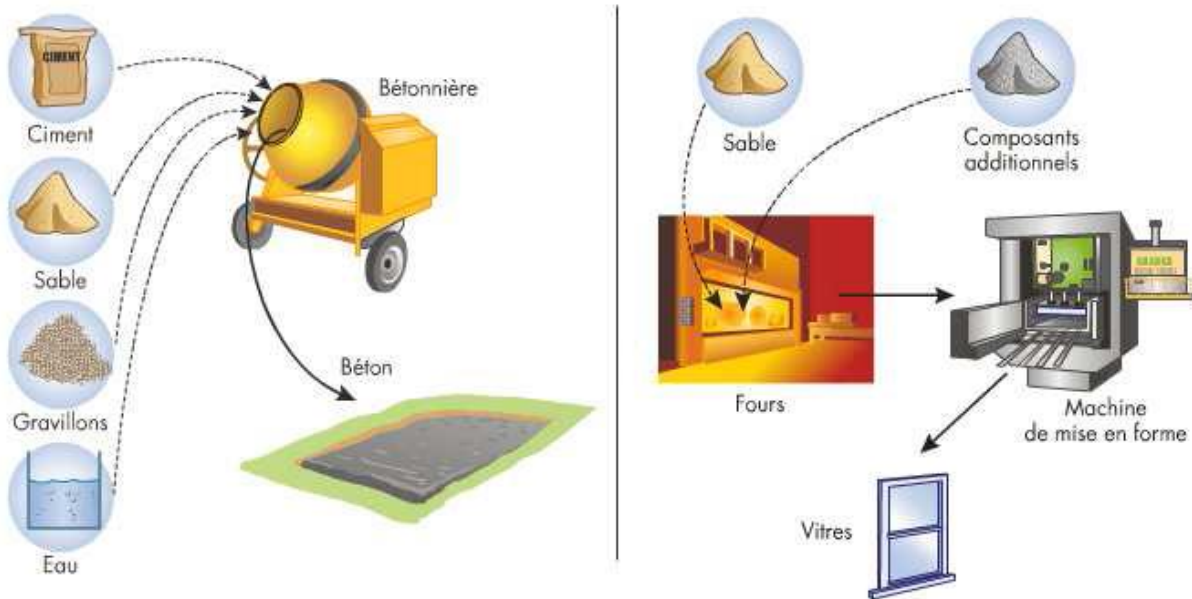
Exemple : Sont considérés comme matériaux de construction tous les matériaux utilisés pour la réalisation de bâtiments (habitation, industrie, ...) ou d'ouvrage d'art : bois, verre, acier, matières plastiques, plâtre, béton, carrelage, briques, tuiles, pierre...

Certains de ces matériaux sont disponibles dans la nature à **l'état brut** (matériaux de base ou matière première).



**Photo 1** : Des matériaux disponibles dans la nature [1]

D'autres sont des **mélanges** de matières premières (ex : ciment (calcaire+argile)), et de leurs transformations chimiques.



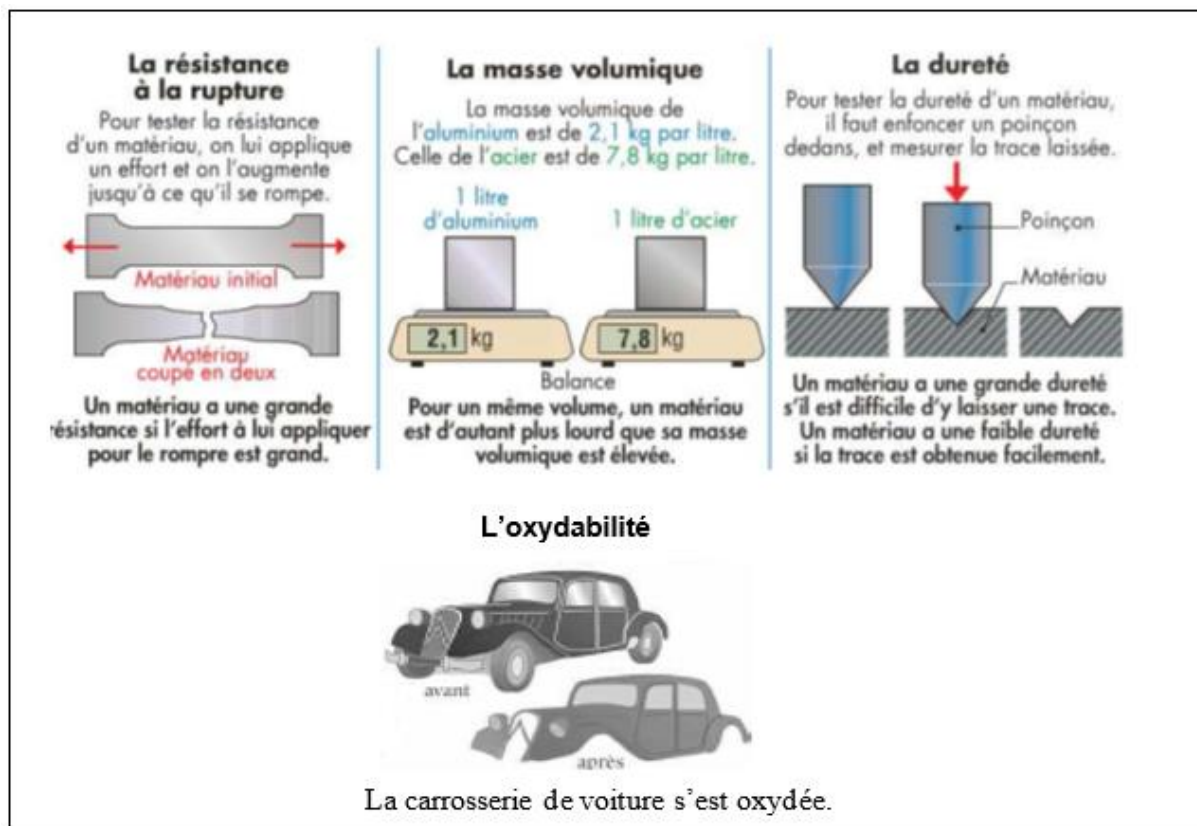
**Figure 1 : Des matériaux transformés [2]**

Chaque matériau possède des propriétés mécaniques, physiques et chimiques qui lui sont propres.

Quelques principales propriétés :

- **Résistance à la rupture** : capacité à bien supporter les forces extérieures.
- **Masse volumique** : La masse d'un certain volume de matériau.
- **Dureté** : Capacité d'un matériau à résister à la pression.
- **Oxydabilité** : Capacité d'un matériau à se transformer au contact de l'oxygène.
- **Elasticité** : capacité d'un matériau à reprendre sa forme après avoir été déformé.
- **Conductibilité** : Capacité d'un matériau à transmettre la chaleur ou l'électricité.

Une autre propriété est la capacité d'un matériau à subir des déformations pour être façonné (aptitude au façonnage).



**Figure 2:** Quelques principales propriétés des matériaux [2]

#### Exemples :

- a. Les matériaux de construction (ou de résistance) : matériaux qui ont la propriété de résister contre des sollicitations (forces) importantes (poids propre, surcharge, séisme, chaleur, ...) :
  - Pierres, bois, béton, métaux, terre cuite (brique), etc.
- b. Les matériaux de protection : matériaux qui ont la propriété d'enrober et de protéger les matériaux de construction principaux :
  - Revêtement : Enduits, peintures, bitumes, etc.

#### I.1.2. LES TROIS GRANDES FAMILLES DE MATERIAUX

Outre les matériaux à l'état brut, dans la science des matériaux, selon la composition et la structure, les matériaux sont classés comme suit :

- Les **matériaux métalliques** qui sont souvent utilisés pour leur très grande résistance.
- Les **matériaux céramiques** qui sont fragiles : ils se cassent facilement à la suite d'un choc. Cependant, ils peuvent souvent résister à de très hautes températures.
- Les **matériaux organiques** qui sont principalement d'origine végétale ou plastique. Ils permettent de fabriquer des formes complexes.

**Tableau 1:** Représentants de chaque famille de matériaux

| Matériaux   | Représentants                                                                                       |
|-------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Métalliques | Métaux et alliages                                                                                  |
| Organiques  | Polymères, élastomères                                                                              |
| Céramiques  | Grande diffusion : ciments, briques, bétons, porcelaines<br>Techniques : oxydes, carbures, nitrures |

Source : [3]

Chaque famille de ces matériaux composites possède ses propres propriétés caractéristiques.

**Tableau 2:** Propriétés caractéristiques de chaque famille de matériaux

| Matériaux                                | Métalliques          | Organiques                   | Céramiques                                |
|------------------------------------------|----------------------|------------------------------|-------------------------------------------|
| Densité                                  | élevée               | faible                       | faible                                    |
| Rigidité (module d'Young)                | élevée               | faible                       | élevée                                    |
| Coefficient de dilatation thermique      | moyen                | élevé                        | faible                                    |
| Dureté                                   | élevée               | faible à élevée (fibres)     | élevée                                    |
| Ductilité (déformation à rupture)        | élevée (plasticité)  | élevée sauf à l'état vitreux | faible et aléatoire                       |
| Conductivité électrique, thermique       | élevée               | faible (isolant)             | Electrique : faible<br>Thermique : élevée |
| Resistance à l'environnement (corrosion) | faible en général    | élevée                       | élevée                                    |
| Température max. d'utilisation           | élevée               | faible (toujours < 200°C)    | très élevée                               |
| Mise en forme                            | facile (déformation) | très facile (moulage)        | difficile (frittage)                      |

Source : [1]

### I.1.3. LES STRUCTURES DU MATERIAU

On a deux sortes de structures du matériau :

Structure microscopique du matériau (échelle de l'atome) :

- Structure cristalline (Roche, métaux)
- Structure vitreuse (Verre, la céramique, le laitier)
- Structure colloïdale (plastiques, caoutchouc, résine, ...)

Structure macroscopique du matériau :

- Structure fibreuse (Bois, l'éternite (amiante + ciment))
- Structure capillaire (mastique, mortier de ciment et béton)
- Ou à la fois fibreuse et capillaire (béton de fibre)
- On peut aussi utiliser des matériaux sous forme de particule (grain, bille de verre, ...).

### I.1.4. L'APTITUDE AU FAÇONNAGE

Les trois familles de matériaux ne permettent pas de fabriquer des pièces de la même manière.

Leurs **aptitudes au façonnage** sont différentes :

- Les matériaux métalliques sont généralement utilisés pour des pièces planes ou allongées. Ils permettent quelquefois de créer des pièces complexes lorsqu'ils peuvent être fondus.
- Les matériaux organiques permettent d'obtenir des formes très complexes.
- Les matériaux céramiques ne permettent de fabriquer que des pièces de formes très simples.

La figure ci-dessous illustre ses aptitudes au façonnage.

### Les matériaux métalliques

permettent de fabriquer des formes planes (capot de voiture), allongées (poutre) ou massives (bloc moteur). Certaines pièces de formes complexes peuvent également être fabriquées à l'aide de matériaux métalliques.



### Les matériaux organiques

permettent de fabriquer des formes complexes (chaussures de roller, jerrican, palme).

### Les matériaux céramiques

ne permettent de fabriquer que des pièces de formes simples (glace de rétroviseur, pare brise).

**Figure 3:** Aptitudes au façonnage des trois grandes familles des matériaux [3]

## I.2. LES MATERIAUX COMPOSITES [4] [5] [6]

### I.2.1. DEFINITION [7]

Les matériaux composites sont des matériaux à très hautes performances mécaniques, qui peuvent être façonnés à volonté au gré du concepteur, de manière à obtenir les propriétés souhaitées en faisant un choix approprié des constituants.

Les matériaux composites ne sont pas une nouveauté, ils ont été tout le temps utilisés par l'homme.

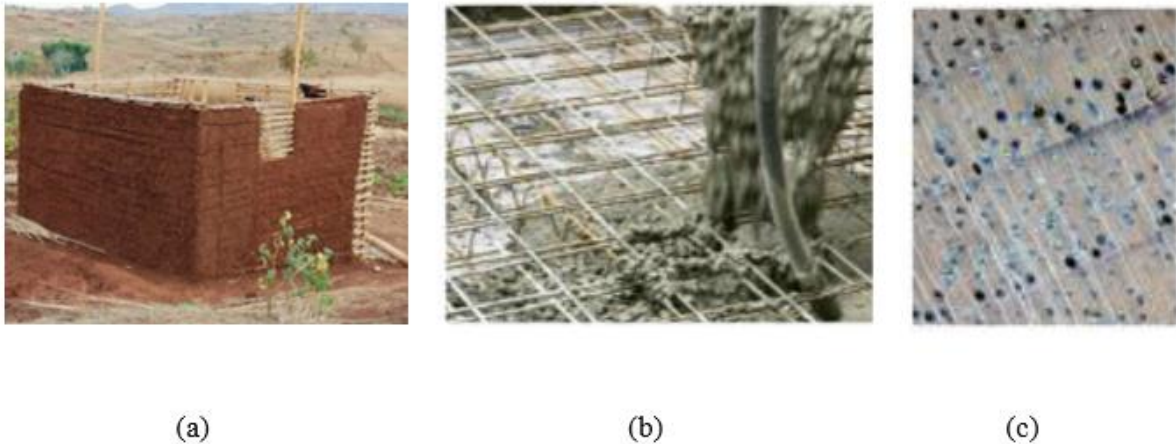
Dans un sens large, le mot “composite” signifie “constitué de deux ou plusieurs parties différentes”.

Un matériau composite est donc un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau hétérogène dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément. L'idée de base est très simple : **en associant deux matériaux complémentaires et compatibles, on profite des qualités des composants en atténuant leurs défauts.**

Citons par exemple :

- le torchis (photo 2a) (un des premiers matériaux de construction utilisé par l'homme) ou le béton armé (photo 2b), et même les matériaux naturels comme le tissu osseux ou le

bois (photo 2c) qui, bien que n'étant pas fabriqués par l'homme, répondent aux critères ci-dessus.



**Photo 2 :** Exemples de matériaux composites : (a) un torchis, (b) un béton armé, (c) du bois vu au microscope optique [7]

Comme nous venons de voir dans le chapitre précédent, on peut distinguer trois familles de matériaux. On peut prendre aussi comme exemple de matériaux composites l'association (mélange) de deux des trois familles, par exemple en mélangeant des matériaux métalliques et des matériaux céramiques.

#### I.2.2. PROPRIETES DES COMPOSITES [8]

Les propriétés des matériaux composites résultent :

- des propriétés des matériaux constituants,
- de leurs interactions
- de leur distribution géométrique c'est à dire la structure selon laquelle ils sont agencés, etc.

Cette structure géométrique doit être spécialement conçue pour leur conférer des propriétés que leurs constituants élémentaires ne possèdent pas individuellement, et leur permettre de remplir de nombreuses fonctions techniques, c'est à dire, une organisation géométrique particulière, qui confère au composite des propriétés supérieures à celles des constituants pris séparément.

Le terme « propriétés supérieures » englobe deux notions distinctes :

- Premièrement, les composites sont généralement conçus de sorte à combiner judicieusement les propriétés de leurs constituants ; par exemple, un vêtement

imperméable constitué d'une doublure isolante (destinée à protéger du froid) recouverte d'une matière étanche (destinée à protéger de l'eau) est, du fait de cette disposition, à la fois étanche et isolant.

- Deuxièmement, l'organisation géométrique des composites peut parfois faire émerger, au niveau global, des propriétés que leurs constituants n'ont pas. Par exemple, certains composites à base de céramiques sont ductiles, alors que les céramiques elles-mêmes sont fragiles ; cela est dû à leur structure spatiale, qui gêne la propagation des fissures.

### I.2.3. INTERET D'UTILISATION

Les matériaux composites permettent d'atteindre des niveaux de performances inégalés. Le principal intérêt de l'utilisation des matériaux composites provient de ses excellentes caractéristiques. Ils disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels.

Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels comme :

- grande résistance à la fatigue
- liberté de formes
- maintenance réduite
- faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion (sauf alu carbone).
- insensibilité aux produits chimiques sauf les décapants de peinture qui attaquent les résines.
- une bonne isolation électrique.

### I.2.4. COMPOSITION GENERALE D'UN MATERIAU COMPOSITE

Dans le cas le plus général, un matériau composite est un matériau hétérogène formé d'au moins deux constituants non miscibles : il consiste d'une ou plusieurs phases discontinues réparties (noyées) dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes, le composite est dit hybride. La phase continue est appelée la **matrice**, la phase discontinue est appelée le **renfort** ou matériau renforçant (figure 4).

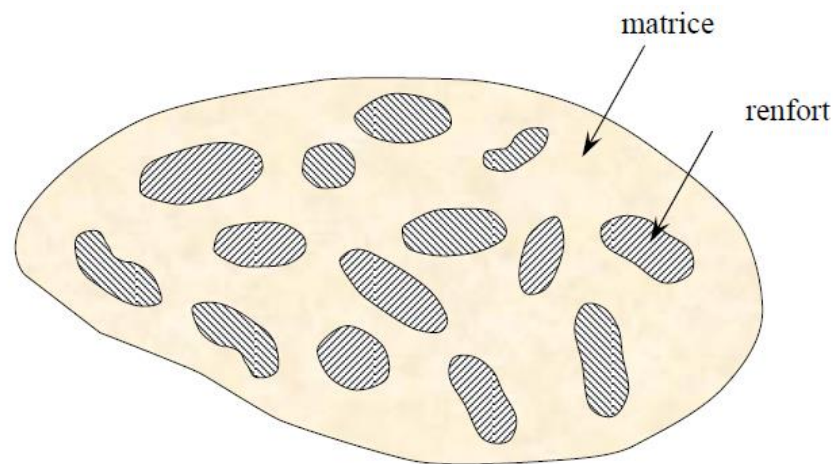
Les deux constituants principaux des matériaux composites sont donc : le **renfort et la matrice**.

Ces constituants doivent donc bénéficier d'une forte capacité d'adhésion afin de constituer un matériau aux propriétés nouvelles dont ne bénéficient pas les composants seuls.

**Exemple :** Le verre ne « casse » plus lorsqu'il se présente sous forme de fibres noyées dans une matrice.

**Remarque 1 :** Le type d'association matrice-renfort dépend des contraintes imposées au concepteur : caractéristiques mécaniques élevées, tenue en température, coût, résistance à la corrosion, etc.

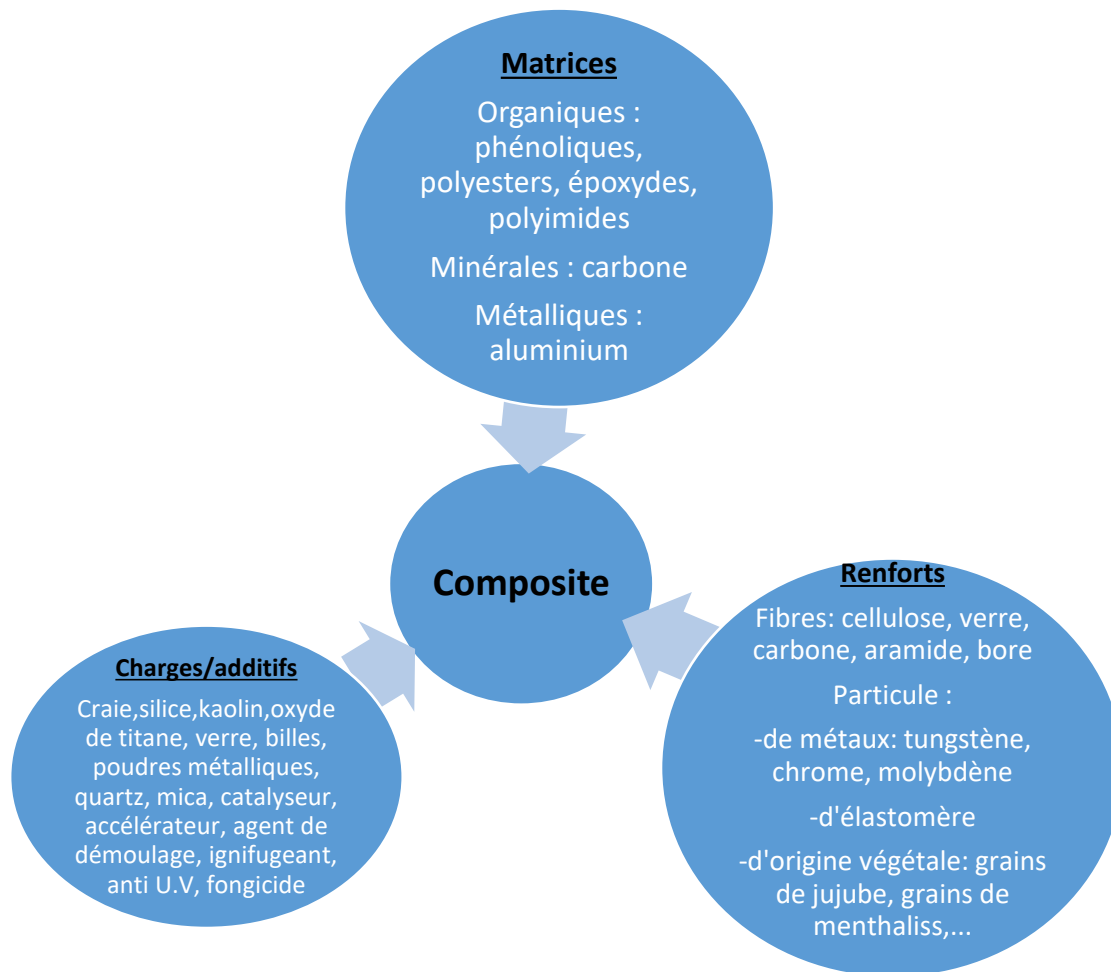
**Remarque 2 :** Il existe des composites constitués pratiquement d'un seul élément chimique : les composites carbone-carbone composés de fibres de carbone noyées dans une matrice elle-même en carbone.



**Figure 4:** Les deux constituants principaux d'un matériau composite [8]

Outre le renfort et la matrice, on peut citer aussi les constituants supplémentaires : des **charges** et des **additifs**, qui sont ajoutés au composite afin de lui conférer de nouvelles propriétés et, ainsi, de lui permettre de remplir davantage de fonctions techniques.

En conclusion, les produits servant à la fabrication des matériaux composites sont donc : les renforts, les matrices, les charges et les additifs.



**Figure 5:** Composition générale d'un matériau composite [8]

Pour bien cerner le travail, nous procéderons ultérieurement à l'étude approfondie de ces constituants.

### **I.3. ETUDE DES DIFFERENTS CONSTITUANTS DES MATERIAUX COMPOSITES**

#### **I.3.1. LES RENFORTS [4] [5] [6]**

##### **I.3.1.1. Rôles des renforts dans les matériaux composites**

Les matériaux de renfort confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la traction ou à la rupture, dureté, etc. Ils se présentent sous forme d'une armature qui constitue le squelette du produit réalisé. Il apporte donc au matériau composite ses performances mécaniques élevées.

Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc.

#### I.3.1.2. Les caractéristiques recherchées pour les renforts

Des caractéristiques mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les matrices, une bonne facilité de mise en œuvre, un faible coût, etc.

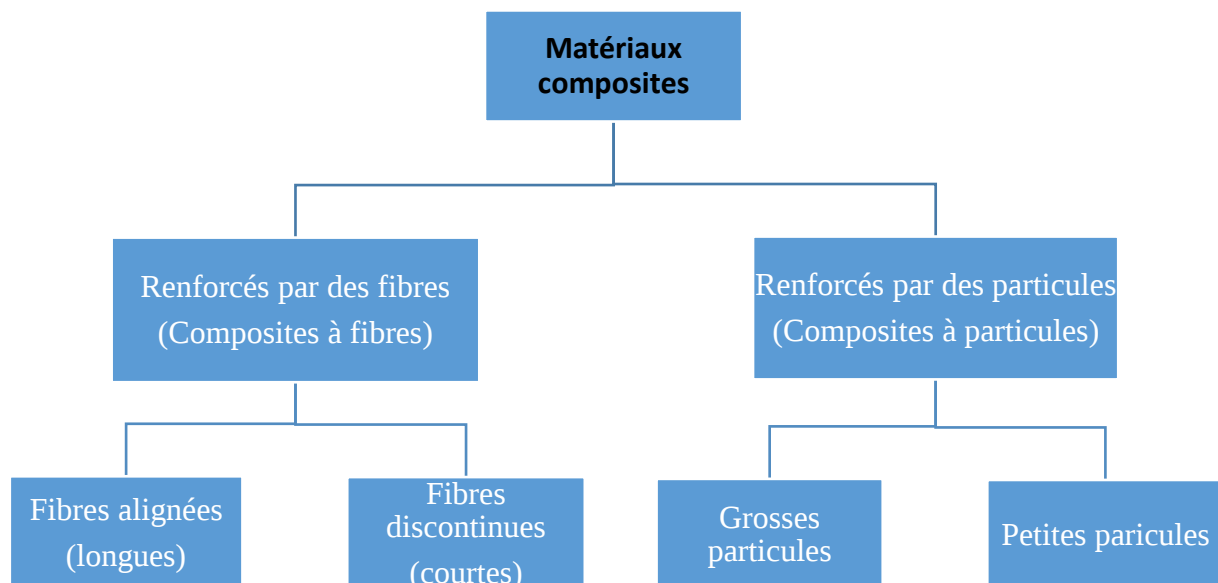
En fonction des utilisations, les renforts peuvent être d'origines diverses : végétale, minérale, artificielle, synthétique, etc.

#### I.3.1.3. Différents types de renfort et classification des composites

Dans la plupart des cas, on peut distinguer deux grands types de renforts :

- Les fibres : fibres longues (longueur comparable aux dimensions de la pièce, figure 7a) et fibres courtes (de longueur faible devant les dimensions de la pièce, figure 7b)
- Les particules, ou charges renforçantes (figure 7c).

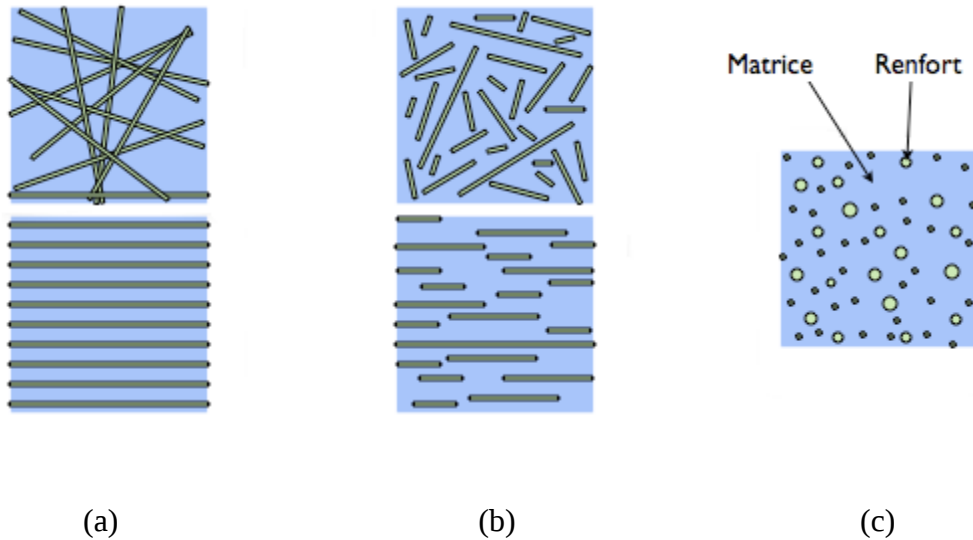
La figure suivante (figure 6) représente un organigramme de classification des composites selon ces deux catégories de renforts.



**Figure 6:** Classification schématique des différents types de composites [4]

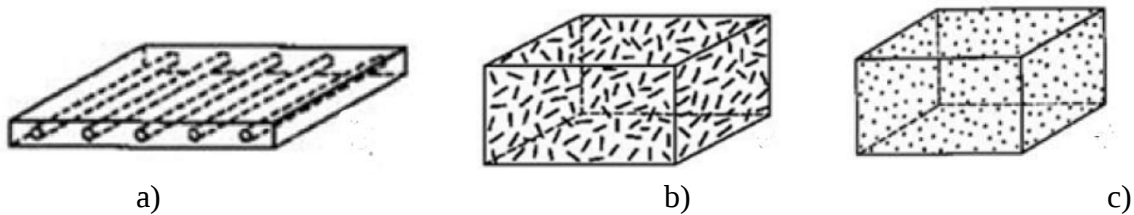
**Remarque :** Organisations géométriques possibles des composites

Lorsque les renforts sont des fibres, celles-ci peuvent être soit orientées dans une direction précise, soit disposées aléatoirement.



**Figure 7:** Les structures géométriques des composites : (a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules [4]

Sur la figure ci-dessous, nous avons représenté une autre illustration de la structure géométrique des composites.



**Figure 8 :** Illustration de composite :  
a) Fibres alignées, b) Fibres discontinues, c) Particules [5]

Les propriétés mécaniques du composite dépendent fortement de la forme et de l'orientation des renforts.

**Exemples :**

- Les composites à fibres longues présentent un meilleur comportement mécanique que les composites à fibres courtes ou à particules.

- Les composites à fibres parallèles présentent un comportement mécanique anisotrope, tandis que les composites à fibres orientées aléatoirement ou à particules présentent un comportement à peu près isotrope.

Ainsi, pour des pièces devant résister à des efforts importants (exemple : coques des bateaux), on utilise généralement des fibres longues, dont on adapte l'orientation aux sollicitations subies par la pièce, et les composites ainsi conçus ont généralement des comportements anisotropes. En revanche, pour le cas contraire, on utilise généralement des fibres courtes ou des particules, dont le coût de mise en œuvre est moins élevé.

#### a) Les composites à fibres

La fibre est le type de renfort le plus utilisé.

Les fibres constituent une fraction volumique de matériau composite généralement comprise entre 0.3 et 0.7.

La nature et la proportion des constituants, l'arrangement et l'orientation des fibres jouent un rôle important sur les comportements mécanique et physique de ce type de matériaux composites.

Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, etc.

#### Les principales fibres de renforcement

- ✓ **La fibre de verre** : Le verre, peu résistant sous forme massive, peut être employé comme renfort lorsqu'il est sous forme de fibres. C'est la principale fibre utilisée (environ 800 000t dans le monde), ce qui constitue 95% des renforts. Les produits qu'elle permet de fabriquer sont d'usage courant et correspondent à des composites de grande diffusion (GD) et certaines applications « hautes performances ». La fibre de verre est intéressante pour son bas prix (peu coûteuse) et sa bonne résistance spécifique.
- ✓ **La fibre de carbone** est encore peu utilisée (1 500 tonnes/an). Plus onéreuse mais très performante d'un point de vue mécanique, son emploi est limité essentiellement aux composites hautes performances (H.P.).  
Exemple en aéronautique, en construction industrielle et dans les sports et loisirs, ...
- ✓ **La fibre d'aramide** ou de polypropylène, plus résistante aux chocs et plus tenaces que le carbone, d'où leur utilisation, entre autres, dans les gilets pare-balles et autres

protections balistiques. Elle est commercialisée sous le nom de Kevlar. La consommation mondiale s'élève à 10000 tonnes par an.

- ✓ **La fibre de bore, les fibres céramiques** ne sont pas encore développées actuellement et leur emploi reste pour l'instant marginal.
- ✓ **Les fibres végétales**, assez peu coûteuses et renouvelables, qui commencent à faire leur apparition sur certaines pièces peu sollicitées mécaniquement.

Exemple : sisal, coco, laine, bambou, coton, chanvre, raphia, lin, ...

### **Remarque :**

Le problème rencontré lors de l'utilisation de ces matériaux synthétiques vient de leurs impacts négatifs pour l'homme et pour l'environnement (allergie de la peau, cancer pulmonaire...etc.).

Les composites renforcés de fibres naturelles ont donc attiré une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité et leur disponibilité (par exemple le bambou qui se trouve en grande quantité à Madagascar), leur facilité de mise en œuvre, leur haut module spécifique, et leur capacité à être recyclé, etc. Ces avantages présentent de l'intérêt pour des applications dans divers domaines comme par exemple la vie quotidienne (mobilier, plancher, pots...), l'industrie automobile..., qui exigent des matériaux légers à haute performance, des possibilités de recyclage, le minimum d'impact sur l'environnement, et une réduction du coût de la matière.

### **b) Les composites à particules**

Le renfort se trouve sous forme de particules.

Par opposition aux fibres, les particules ne possèdent pas de dimension privilégiée : elles désignent des éléments qui n'ont pas la caractéristique principale d'une fibre à savoir une très grande longueur.

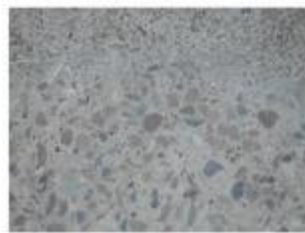
Elles sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc.

Le choix de particules comme renfort dépend des propriétés souhaitées.

### **Par exemple :**

- Des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage.

- Des particules de métaux fragiles tels le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporées dans des métaux ductiles, augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.
- Également, des particules d'élastomère peuvent être incorporées dans des matrices polymères fragiles, de manière à améliorer leurs propriétés à la rupture et au choc, par diminution de la sensibilité à la fissuration.
- Des granulats (assimilables à des « particules ») pris dans une matrice de ciment (photo 3a) constituent le béton. Sa résistance mécanique est moyenne en compression, et quasi-nulle en traction, ce qui limite ses possibilités d'emploi. On l'associe donc couramment à des armatures d'acier (photo 3b), plus résistantes et capables de reprendre les efforts de traction, ce qui permet de réaliser des ouvrages plus fortement sollicités : c'est le principe du béton armé.



(a)



(b)

**Photo 3:** Les constituants d'un béton armé : (a) le béton seul (qui est lui-même un multi-matériau), (b) les armatures métalliques [6]

Les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.

**Remarque :** Il est aussi envisageable d'utiliser des particules d'origine végétale comme les grains de « terminalia mantaly », les grains de jujube, ...

C'est principalement l'utilisation de ces particules naturelles comme renforts, qui est l'objet d'étude de ce mémoire.

### I.3.2. LES MATRICES [4] [5]

#### **I.3.2.1. Définition**

La matrice est l'élément qui lie et maintient les renforts en position. Elle répartit les efforts (résistance à la compression ou à la flexion) c'est-à-dire transfère les efforts entre eux et

assure toutes les autres fonctions techniques. Il peut par exemple s'agir d'une protection contre diverses agressions (thermiques, chimiques, chocs...), de fonctions esthétiques (couleur, aspect...), de donner sa forme extérieure au produit fini...

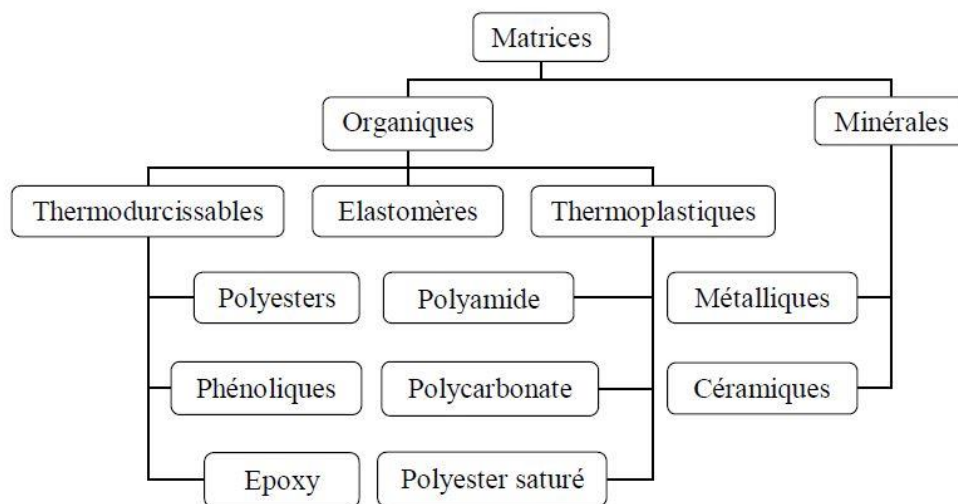
Elle assure donc toutes les fonctions autres que la tenue mécanique.

### I.3.2.2. Types de matrice

On distingue 3 types de matrice :

- Matrice céramique
- Matrice métallique
- Matrice organique

La figure ci-dessous présente d'une manière plus détaillée ces différents types de matrice.



**Figure 9:** Différentes types de matrice [4]

Selon la nature de la matrice, on peut alors classer les composites en 3 grandes familles :

- Les composites à matrice céramique (CMC),
- Les composites à matrice métallique (CMM),
- Les composites à matrice organique (CMO).

Chacune de ces 3 familles possède des propriétés différentes, illustrés dans le tableau ci-après.

**Tableau 3 :** Exemples de matériaux composites, pris au sens large

| Type de composite                                                                                                                                                                                                                                                                         | Exemples de constituants                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | Domaines d'application                                                                                                                                                                                                                                                               |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>1. Composites à matrice minérale</b><br>-Béton<br>-Béton armé<br>-Composite carbone-carbone<br>-Composite céramique                                                                                                                                                                    | -Ciment/sable/granulats<br>-Béton/acier<br>-Carbone/fibres de carbone<br>-Céramique/fibres céramiques                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | -Génie civil<br>-Aviation, espace, sports, bio-médical, etc.<br>-Pièces thermo-mécaniques                                                                                                                                                                                            |
| <b>2. Composites à matrice métallique</b>                                                                                                                                                                                                                                                 | -Aluminium/fibres de bore<br>-Aluminium/fibres de carbone                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | -Espace (aérobalistique)                                                                                                                                                                                                                                                             |
| <b>3. Composites à matrice organique</b><br>-Papier, carton<br>-Panneaux de particules<br>-Panneaux de fibres<br>-Contreplaqués<br>-Toiles enduites<br>-Toiles enduites<br>-Non tissés<br>-Matériaux d'étanchéité<br>-Pneumatiques<br>-Stratifiés<br>-Sandwiches<br>-Plastiques renforcés | -Résine/charges/fibres cellulosiques<br>-Résine/copeaux de bois<br>-Résine/fibres de bois<br>-Colle/feuillets de bois<br>-Résines souples/Tissus<br>-Résines souples/tissus<br>-Latex/fibre de synthèse<br>-Elastomères/bitume/textiles<br>-Caoutchouc/toile/acier<br>-Résine/charges/fibres de cellulose, de verre, de carbone, d'aramide etc.<br>-Peaux : métaux, stratifiés...<br>-Ames : mousses, nids d'abeille, balsa, contreplaqués, plastiques<br>-Résines/microsphères | -Imprimerie, emballage, etc.<br>-Menuiserie<br>-Bâtiment<br>-Sports, bâtiment<br>-Lingerie, travaux publics<br>-Toiture, revêtement de terrasse, etc.<br>-Automobile<br>-Transports, électrotechnique, électronique, bâtiment, mécanique, sport et loisirs.<br>-Transports, bâtiment |

Source : [4]

**Remarque :** Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine de température ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrice minérale sont utilisés jusqu'à 600 °C pour une matrice métallique et jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique.

### **I.3.2.3. Etude des différentes familles de composite selon la nature de leur matrice**

#### **a) Composites à matrice céramique (CMC)**

Les céramiques possèdent de nombreux atouts pour différentes applications : elles peuvent résister à des températures très élevées, sont plus légères que de nombreux métaux, et présentent une bonne stabilité chimique. Malheureusement, leur grande fragilité limite fortement leur domaine d'utilisation.

Le principe des CMC est donc de rendre les céramiques moins cassantes en leur donnant une structure composite, en général avec les fibres. Cela conduit à une meilleure résistance à la rupture pour deux raisons :

- Les fibres ayant un diamètre microscopique, il est possible de les fabriquer avec très peu de défauts, ce qui conduit à des contraintes de rupture plus élevées ;
- Lorsque le composite se dégrade, les fissures ont tendance à suivre les interfaces situées entre les fibres et la matrice au lieu de se propager dans les fibres ; au lieu de rompre brutalement, le matériau se « désassemble » donc progressivement.

Les CMC s'adressent aux applications à très haute température. Ils sont principalement utilisés dans l'industrie spatiale et l'aéronautique militaire, ainsi que pour la conception d'organes haut de gamme comme les disques ou plaquettes de freins (photo 4).



(a)



(b)



(c)

**Photo 4:** Quelques applications des CMC : (a) la tuyère d'un moteur spatial, (b) le disque à aubes d'une turbine, (c) un disque de frein haut de gamme [5]

Les CMC comptent ainsi parmi les matériaux les plus performants pour les applications thermomécaniques exigeantes. Sa mise en œuvre a un coût très élevé, ce qui explique la faible diffusion de ces matériaux.

#### b) Composites à matrice métallique (CMM)

Les CMM comportent une matrice en métal léger (aluminium et ses alliages, magnésium, titane...) et un renfort pouvant être comme pour les autres familles de composite, de deux types :

- Soit des particules ou des fibres courtes céramiques ; les propriétés mécaniques doivent être alors légèrement supérieures à celle du métal formant la matrice, et les procédés traditionnels de mise en forme des métaux peuvent généralement être employés ;
- Soit des fibres longues céramiques ou métalliques ; les propriétés sont alors bien supérieures à celles de la matrice, et les procédés de mise en forme sont plus coûteux (il s'agit typiquement d'infiltrer du métal fondu autour d'un tissu de fibres).

Ce type de composite a été élaboré pour tenter de concilier les qualités des métaux (ductilité, bonne tenue face au vieillissement et au feu...) avec la légèreté et les bonnes caractéristiques mécaniques propres aux structures composites. Ce sont des matériaux performants, mais pénalisés par un coût de revient encore élevé et réservés à des applications relativement exigeantes, dans divers domaines (photo 5).



**Photo 5:** Exemples d'applications des composites à matrice métallique [5]

-Un inconvénient des CMM est la grande réactivité chimique des métaux : lors de la mise au point du composite, il faut s'assurer que la matrice et le renfort ne peuvent pas réagir entre eux, faute de quoi, les conséquences sur les propriétés mécaniques peuvent être catastrophiques.

-Un avantage de ces composites est que la matrice étant métallique, ses caractéristiques mécaniques intrinsèques (qui appartient à l'objet lui-même) sont généralement bonnes. Il est donc possible de s'appuyer sur le comportement matriciel et de ne renforcer que certaines zones, ou encore de se contenter de renforts unidirectionnels ; cela est généralement impossible avec les matrices polymères (en raison de leur faible résistance) ou céramiques (en raison de leur fragilité).

### c) Composites à matrice organique (CMO)

Ce sont les composites les plus répandus et les seuls composites ayant, pour beaucoup d'entre eux, des coûts unitaires suffisamment réduits pour pouvoir être produits à grandes séries.

On distingue généralement deux types de CMO :

- Les composites à grande diffusion, peu coûteux et représentant près de 95% des CMO fabriqués, utilisés pour toutes sortes de pièces utilisées couramment ;
- Les composites à haute performance, plus onéreux mais présentant des qualités mécaniques supérieures, notamment employés dans l'aéronautique, le nautisme, les sports et loisirs ou encore la construction industrielle, le bâtiment et la construction automobile (photo 6).



(a)



(b)

**Photo 6:** Quelques applications des CMO "haute performance" :

(a) un catamaran, (b) des skis de compétition [5]

Cette famille est donc très vaste et regroupe des gammes de prix et de performances très étendues.

Notre recherche se concentre surtout sur les CMO. Or, les matrices employées pour ces composites qui sont aussi appelés « résine », sont des produits polymères (naturels, artificiels ou synthétiques).

Pour pouvoir continuer notre étude, mieux vaut faire un bref aperçu de ce qu'on entend par « polymères ».

#### **I.3.2.4. Les Polymères [9] [10] [11] [12]**

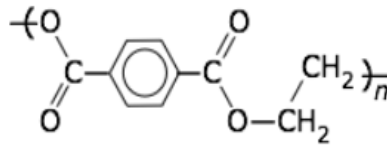
##### **a) Définition**

Ce sont des macromolécules, de chaînes d'unités répétitives appelées monomères et liées entre eux par des liaisons covalentes. Les monomères ont souvent de faibles masses moléculaires relatives tandis que les macromolécules ont des masses moléculaires élevées.

Ces polymères sont synthétisés en reliant des molécules de monomères entre elles par des liaisons chimiques covalentes : ce sont les réactions de polymérisation. Les plus courantes sont la polycondensation et la polyaddition.

**Polycondensation :** C'est une réaction au cours de laquelle des monomères de deux types différents vont se lier alternativement et former des polymères ou macromolécules.

Exemple : Le polyéthylène téréphtalate (PET) qui résulte d'un assemblage d'acide téréphtalique et d'éthylène glycol.



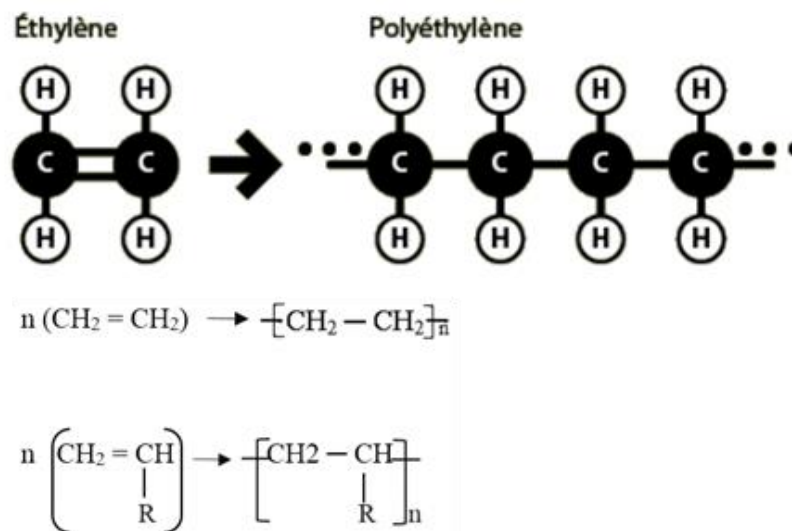
**Figure 10:** Structure moléculaire du PET [9]

La polycondensation est un procédé de synthèse très utilisé au plan industriel.

**Polyaddition** : C'est une réaction au cours de laquelle un grand nombre de monomères, des alcènes (hydrocarbures contenant au moins une double liaison carbone-carbone), vont se lier les uns aux autres et former des polymères. Une des deux liaisons C-C du monomère va se rompre pour permettre aux monomères de se lier entre eux par simples liaisons C-C.

Cette méthode est la plus utilisée.

Exemple :



**Figure 11:** Exemples de structure moléculaire des polymères dérivés de l'éthylène [9]

R étant un radical organique plus ou moins complexe :  $-\text{CH}_3$  (polypropylène),  $-\text{Cl}$  (polychlorure de vinyle),  $-\text{C}_6\text{H}_5$  (polystyrène), etc.

En résumé, la matrice employée pour les CMO est donc une matière macromoléculaire. C'est aussi une matière organique car il est articulé par une chaîne carbonée sur laquelle sont liés d'autres éléments (essentiellement de l'hydrogène, de l'oxygène et de l'azote).

b) Les différentes classes des polymères [5] [13] [14] [15] [16]

Elles sont au nombre de trois : -Les Elastomères

-Les Thermoplastiques

-Les Thermodurcissables

Les Elastomères

Ces polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc. Ils peuvent être étirés de plusieurs fois leur longueur d'origine, et reprennent leur forme initiale sans déformation permanente.

Les élastomères possèdent une excellente capacité d'absorption des chocs. Ils sont utilisés dans la fabrication des pneumatiques, des semelles de chaussures...



**Photo 7:** Exemples d'élastomère [13]

Les Thermoplastiques ou plastomères

A l'état d'origine, les thermoplastiques, se présentent sous forme solide (granulés, plaques...).

Un polymère est thermoplastique si, soumis à une source de chaleur (au-dessus d'une certaine température : plus ou moins haute), il se déforme et fond. Cela **permet leur mise en forme au moyen des techniques habituelles, il redevient dur après refroidissement.**

L'opération peut se répéter plusieurs fois. La transformation d'un thermoplastique est donc réversible.

Les chaînes moléculaires sont liées l'une par rapport à l'autre par des liens faibles. Mais comme il s'agit de polymère, ce type de lien se répète des centaines de fois : Ce qui permet de créer un solide. Parce qu'ils ne sont pas liés par des liens forts, les chaînes des thermoplastiques glissent facilement l'une par rapport à l'autre s'ils sont exposés à la chaleur. C'est pourquoi on les appelle thermoplastiques.

❖ **Explication de quelques exemples :**

**Polyéthylène téréphthalate (PET) :**

Il est transparent, brillant, résiste aux chocs et constitue une barrière pour les gaz. Il sert de barquettes, de flacons, de bouteilles, de boîtes pour aliments.

Formule :  $(C_{10}H_{10}O_4)_n$



**Photo 8 :** Exemple de plastique fabriqué par le PET [13]

**Le polyéthylène – PE :**

Le polyéthylène, ou polyéthène, est un des polymères les plus simples et les moins chers. Son nom vient du fait qu'il est obtenu par polymérisation des monomères d'éthylène ( $CH_2 = CH_2$ ) en une structure complexe de formule générique :  $-(CH_2 - CH_2)_n$

C'est le premier polymère en termes de part de marché dans l'emballage. Sa production mondiale était d'une quarantaine de millions de tonnes en 2003. La multitude de densité des gammes du polyéthylène lui permet de couvrir de multiples applications :

**Polyéthylène Basse Densité PEBD (densité inférieure à celle de l'eau) :**

Il peut être déchiré, moulé, étiré. Il peut servir de joint étanche, de sacs, de boîtes, de films, de récipients souples ...



**Photo 9 :** Exemple de plastique fabriqué par PEBD [13]

### **Polyéthylène Haute Densité PEHD :**

Le PEHD peut être moulé. Il est rigide, résistant aux chocs, opaque, apte à la congélation (jusqu'à - 40°C) et une bonne tenue à la chaleur permettant le réchauffage dans l'eau chaude, voire la stérilisation à 108°C. Il est notamment utilisé pour fabriquer des bouteilles, des tuyaux, des jerricans, des caisses réutilisables, ...



**Photo 10:** Exemple de plastique fabriqué par le PEHD [13]

### **Les Thermodurcissables ou duromères :**

Ils sont moins répandus que les Thermoplastiques.

A l'état d'origine, les thermodurcissables se présentent sous forme liquide visqueuse. On les met en forme en déclenchant une réaction chimique de polymérisation par ajout d'un durcisseur, ce qui entraîne une solidification.

Un polymère est thermodurcissable lorsque, lors de sa formation, il devient de plus en plus dur au fur et à mesure qu'on le chauffe, l'augmentation de la température entraînant cette modification chimique irréversible conduit à la production d'un solide qui ne pourra plus être

ramolli par la chaleur. Ces derniers doivent être moulés lors de leur formation. Sous de trop fortes températures, le thermodurcissable se dégrade (carbonisation).

Les thermodurcissables sont souvent utilisés pour leur résistance à la chaleur. On les retrouvera dans des pièces exposées à la chaleur ou près de composant électrique générant de la chaleur. Beaucoup de matières plastiques sont faites de thermodurcissables, mais, outre les résines de formaldéhyde de phénol (bakélite utilisée pour faire des manches de poêle), le formaldéhyde de mélamine (FM) (la mélamine utilisée pour réaliser la surface des feuilles de cuisines et certains instruments de cuisine « incassables ») et les polyesters thermodurcissables utilisés pour réaliser des composites (avec de la fibre de verre, des particules,...) , ils sont utilisés aussi dans l'automobile, l'aéronautique, l'aéronavale, les équipements de ski, ...



**Photo 11:** Exemples de thermodurcissable [14]

#### ❖ Autres exemples

##### Les polyuréthanes (PUR) :

Ce sont des matériaux dont les caractéristiques sont très variées et avec une grande diversité de textures et de duretés. Ils sont les plus utilisés pour faire les mousses. On les utilise



**Photo 12:** Exemple de plastique fabriqué par le PUR [13]

pour fabriquer des matelas, des sièges de voiture, des tableaux de bord, des roues de patins à roulettes ou des chaussures de ski...

### Les polyesters insaturés :

Ils servent surtout à fabriquer des fibres textiles artificielles (ex : le Tergal). Ses applications se sont aussi diversifiées dans l'industrie, notamment sous forme de films destinés à l'agriculture, aux travaux publics, aux coques et cabines de bateaux, aux carrosseries d'automobiles, aux piscines.

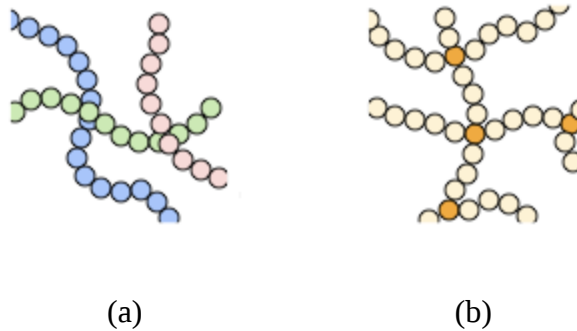


**Photo 13:** Exemple de plastique fabriqué par le polyester insaturé [13]

Parmi ces 3 classes de polymères, deux grandes familles de résines provenant des polymères thermoplastique et thermodurcissable sont employés comme matrice dans les CMO.

### Différence entre « résines thermoplastiques » et « résines thermodurcissables »

Comme nous venons de voir précédemment, la différence essentielle entre les polymères est la nature des phénomènes physiques assurant leur cohésion. Les thermoplastiques sont constitués de longues molécules linéaires, maintenues entre elles par des liaisons physiques de faible énergie (liaisons hydrogène ou de Van der Waals, figure 12a) ; ces liaisons se cassent lorsque l'on chauffe le polymère et se rétablissent lorsqu'on le refroidit, de façon réversible. A l'inverse, les thermodurcissables sont des molécules en forme de réseaux tridimensionnels, maintenus par des liaisons chimiques de forte énergie (liaisons covalentes, figure 2b) établies de manière irréversible lors de la polymérisation.



**Figure 12:** Structures moléculaires : (a) d'un polymère thermoplastique, (b) d'un polymère thermodurcissable [16]

Cette différence fondamentale est à l'origine de propriétés bien distinctes des 2 polymères. Par exemple :

- Les thermoplastiques sont moins rigides et moins résistants que les thermodurcissables (mais cela importe peu sur les composites à fibres longues, car la rigidité et la résistance proviennent essentiellement des fibres) ;
  - Les thermoplastiques sont plus ductiles que les thermodurcissables, donc résistent mieux à la fissuration.
- Ces deux propriétés nous permettent de dire que les résines thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques plus élevées que les résines thermoplastiques.

En outre :

- Les déchets thermoplastiques sont recyclables, les déchets thermodurcissables ne le sont pas ;

Explication : Les résines thermoplastiques, dont la fabrication atteint de loin le plus gros tonnage du fait d'un faible coût, possèdent la propriété de pouvoir être mises en forme plusieurs fois par chauffages et refroidissements successifs. Ces résines peuvent donc être récupérées et facilement recyclées.

Par contre, les résines thermodurcissables ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois.

- Les granulés thermoplastiques peuvent être stockés indéfiniment et à température ambiante, les thermodurcissables doivent être stockés au froid et pendant une durée limitée si la résine et le durcisseur sont déjà mélangés.

Les thermoplastiques doivent toujours être portés à haute température pour être mis en forme, les thermodurcissables pas forcément.

En raison de leur plus grande facilité de mise en forme (les températures à utiliser sont souvent plus raisonnables) et du fait de ses caractéristiques plus élevées, les matrices thermodurcissables sont les plus employées actuellement que les thermoplastiques dans la mise en œuvre des matériaux composites.

Parmi les plus courantes, on peut citer par ordre décroissant en tonnage :

- les résines polyester : faciles à mettre en œuvre, peu coûteuses et souvent utilisées dans les applications « grande diffusion ». La France en consomme près de 70 000 tonnes annuellement. Leurs inconvénients restent un retrait important lors de la mise en œuvre et une mauvaise tenue à la chaleur.
- les résines époxy (ou époxydes) offrent des caractéristiques supérieures aux polyesters dans la quasi-totalité des utilisations. Leur prix, plus élevé restreint leur emploi. Elles sont très employées dans les applications « hautes performances ».

Pour conclure, nous présentons les tableaux 4 et 5 qui récapitulent les principales propriétés des matrices thermodurcissable et thermoplastique ainsi que les principales caractéristiques mécaniques des résines.

**Tableau 4:** Principales propriétés des matrices Thermodurcissables et Thermoplastiques

| Matrices                   | Thermodurcissables             | Thermoplastiques            |
|----------------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| Etat de base               | Liquide visqueux à polymériser | Solide prêt à l'emploi      |
| Stockage                   | Réduit                         | Illimité                    |
| Mouillabilité des renforts | Aisée                          | Difficile                   |
| Moulage                    | Chauffage continu              | Chauffage + refroidissement |
| Cycle                      | Long (polymérisation)          | Court                       |
| Tenue au choc              | Limitée                        | Assez bonne                 |
| Tenue thermique            | Meilleure                      | Réduite (sauf nouveau TP)   |
| Chutes et déchets          | Perdus ou utilisés en charge   | Recyclables                 |
| Conditions de travail      | Emanations de solvants         | Propreté                    |

Source : [5]

**Tableau 5:** Propriétés mécaniques des résines

|                              | Polyester | Epoxyde   | Phénolique | Polyamide | Aluminium |
|------------------------------|-----------|-----------|------------|-----------|-----------|
| $\epsilon_r$ en traction (%) | 2-5       | 2-5       | 2,5        | -         | -         |
| $\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )  | 1200      | 1100-1500 | 1200       | 1130      | 2630      |
| $\sigma_r$ en traction (MPa) | 50-80     | 60-80     | 40         | 70        | 358       |
| E en traction (GPa)          | 2,8-3,5   | 3-5       | -          | 3         | 69        |

Source : [5]

### I.3.3. LES CHARGES ET ADDITIFS [5]

D'une manière générale, les charges et additifs jouent un rôle essentiel dans l'obtention des propriétés des matrices.

#### **I.3.3.1. Les charges :**

Les charges que l'on disperse au sein de la matrice peuvent être minérales, organiques (végétales ou synthétiques) ou métalliques.

On peut par exemple rencontrer :

- Des microbilles de verre creuses, ajoutées en plus des renforts principaux, améliorent la tenue en compression tout en allégeant la matrice ;
- Du noir de carbone utilisé à la fois comme pigment noir, comme barrière anti-UV et comme antioxydant ;
- Des particules de silice pour rendre la matrice plus isolante (thermiquement, électriquement et acoustiquement) et diminuer son retrait au moulage... ;
- Des poudres ou paillettes métalliques (cuivre, fer, aluminium, etc. ...) pour rendre la matrice conductrice de l'électricité et de la chaleur, pour améliorer son usinabilité, sa résistance au choc ou à l'abrasion... ;
- Des billes thermoplastiques ajoutées dans les matrices thermodurcissables, pour améliorer leur ductilité et donc leur résistance à la fissuration... ;



(a)



(b)



(c)

**Photo 14:** Exemples de charges utilisées : (a) microbilles de verre, (b) noir de carbone, (c) silice [5]

Vu ces différentes propriétés, on peut donc classer les charges en 2 catégories : **charges renforçantes et charges non renforçantes.**

#### a) Charges renforçantes

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine.

Suivant leur forme géométrique, on peut distinguer : **les charges sphériques et les charges non sphériques.**

#### **Charges sphériques**

L'intérêt essentiel de ces charges réside dans leur forme sphérique qui évite les concentrations de contraintes et par conséquent, diminue la susceptibilité à la fissuration de la matrice par rapport à des charges non sphériques. Les charges sphériques se présentent sous forme de sphères, appelées généralement microbilles ou microsphères. Ces sphères pleines ou creuses ont un diamètre généralement compris entre 10 et 150  $\mu\text{m}$ . Elles peuvent être en verre, en carbone ou en matière organique (époxyde, phénolique, polystyrène, etc.). Les microbilles de verre creuses représentent plus de 99 % des charges sphériques utilisées.

#### **Charges non sphériques**

Parmi les charges renforçantes non sphériques, le mica est le matériau le plus utilisé. Il est alors incorporé sous forme d'écailles de dimensions de 100 à 500  $\mu\text{m}$ , et d'épaisseur de 1 à 20  $\mu\text{m}$ . Le mica est ajouté à des résines thermoplastiques ou thermodurcissables, pour des applications électriques ou électroniques.

### b) Charges non renforçantes

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines.

On peut citer quelques exemples :

#### **Charges de faible coût**

Ces charges sont extraites de roches ou de minerais, d'où leur faible coût.

Généralement, l'incorporation de ces charges conduit à :

— une augmentation :

- de la masse volumique de la matrice,
- du module d'élasticité,
- de la dureté,
- de la viscosité,
- de la stabilité dimensionnelle.

— une diminution :

- du prix,
- de la résistance à la traction et à la flexion.

Les principales charges répondant à ces propriétés sont :

- les carbonates : craies ou calcites ( $\text{CaCO}_3$ ). Ce sont les charges les plus utilisées,
- les silicates: talc, kaolin, feldspath, wollastonite,
- les silices, obtenues par broyage et tamisage de sable de quartz.

#### **Charges ignifugeantes**

Ces charges ajoutées aux résines ont pour rôle de réduire ou d'empêcher les phénomènes de combustion. Parmi les charges solides utilisées dans les résines thermodurcissables, nous citons :

- l'hydrate d'alumine, produit le plus utilisé dans les résines thermodurcissables,
- l'oxyde d'antimoine.

#### **Charges conductrices et antistatiques**

Les résines organiques sont des isolants thermiques et électriques. Pour certaines applications, il est donc nécessaire d'ajouter un élément conducteur. Les principales charges utilisées sont :

- des poudres ou paillettes métalliques : cuivre, fer, aluminium, etc.,
- des microbilles de verre métallisées (cuivre, argent),

- des particules de carbone (noir de carbone),
- des filaments métalliques.

Remarque : La matrice est elle-même composée d'une résine (polyester, époxyde, etc.) et de charges dont le but est d'améliorer les caractéristiques de la résine tout en diminuant le coût de production. D'un point de vue mécanique, l'ensemble résine-charges se comporte comme un matériau homogène, et le composite est considéré comme constitué d'une matrice et d'un renfort.

### **I.3.3.2. Les additifs :**

Les additifs possibles sont nombreux.

Ils se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- **lubrifiants et agents de démoulage** qui ont pour objet de faciliter le façonnage de la résine et de réduire la tendance de la résine à adhérer aux moules, aux mandrins, etc.
- **stabilisants** qui retardent les dégradations dues à l'oxygène ou encore à l'ozone.
- **ignifugeants ou retardateurs de flamme** (la plupart des polymères sont inflammables).
- **pigments** qui sont des produits insolubles se présentant sous forme de poudres ou de paillettes. Ils sont obtenus à partir d'oxydes ou de sels métalliques. À partir de ces pigments, il est possible d'obtenir des pâtes colorantes constituées de dispersions de pigments dans une pâte (résine, plastifiant), pour une utilisation aisée.
- **colorants** qui sont des composés organiques solubles dans un solvant adapté.
- **agents anti-retraits** qui sont généralement des produits à base de thermoplastiques ou d'élastomères, se présentant sous forme de poudre ou en solution dans du styrène.

La polymérisation des résines conduit à une diminution des distances interatomiques du monomère initial. Il s'ensuit un retrait de la résine polymérisée, qui peut aboutir à un mauvais état de surface, à un gauchissement ou à des microfissurations des pièces moulées. Bien que l'incorporation des charges à la résine en limite le retrait, il est souvent nécessaire d'ajouter des produits spécifiques antiretrait (additifs dits “low profile” et “low shrink”), qui diminuent ou annulent le phénomène de retrait.

Ces produits améliorent également l'écoulement de la matière dans certaines techniques de moulage.

- **agents anti-ultraviolets** qui ont pour fonction de protéger les résines de l'action des rayons ultraviolets contenus dans le rayonnement solaire. Le principe de ces agents est d'absorber le

rayonnement ultraviolet et d'éviter ainsi une détérioration prématurée de la résine par rupture de liaisons atomiques ou par passage à un état excité qui favorise l'oxydation (phénomène de photo-oxydation).

- **accélérateur**

- **catalyseur**

- **agents d'interface**, utilisés pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort et la matrice.

Mais quel est le rôle de l'interface dans les matériaux composites ?

#### I.3.4. LE RÔLE DE L'INTERFACE [2]

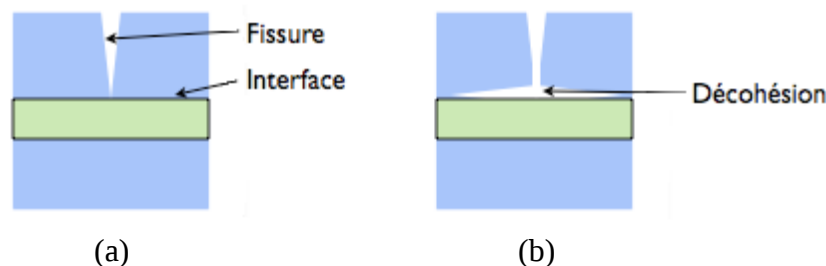
L'interface c'est la surface de contact entre la matrice et le renfort.

Tant que le composite est intact, les deux constituants adhèrent parfaitement l'un à l'autre, et l'interface ne joue donc aucun rôle particulier.

Mais elle joue un rôle important quand le composite subit des dégradations mécaniques et commence à se fissurer suite à une surcharge, à la fatigue...

En effet, les interfaces ont la propriété de dévier les fissures : lorsqu'une fissure se propage dans la matrice et atteint l'interface (figure 13a), elle ne traverse généralement pas cette dernière et les renforts ne sont donc pas endommagés. Au lieu de cela, la fissure change de direction et suit l'interface (figure 13b). En d'autres termes, au lieu d'une rupture brutale, on observe plutôt une décohésion, c'est-à-dire un décollement progressif entre les renforts et la matrice.

L'interface joue donc le rôle de fusible et rend les composites plus ductiles et plus tenaces, c'est-à-dire plus résistants à la rupture, que leurs constituants élémentaires.



**Figure 13 :** Le rôle de l'interface sur la ténacité des composites : lorsqu'une fissure atteint l'interface (a), elle est déviée (b) [2]

## CONCLUSION PARTIELLE :

Dans ce premier chapitre, d'après des études bibliographiques, on a pu constater que les compositions générales des matériaux composites sont :

- les matrices : céramique, métallique et organique
- les renforts : fibres et particules

Des constituants supplémentaires :

- les charges : renforçantes et non renforçantes
- les additifs

Dans notre étude, c'est le Polyester insaturé que nous utilisons comme matrice et les noyaux de jujube, sous-produits agronomiques comme renfort. C'est pour cette raison que dans la suite, nous consacrons deux parties pour mieux connaître, d'une part cette matrice et d'autre par ce renfort.

## Chapitre II : ETUDE D'UN CAS PARTICULIER D'UNE MATRICE : LES POLYESTERS INSATURES (UP) [17] [18] [19] [20]

La résine polyester est un polymère thermodurcissable, très utilisée pour la fabrication de matériaux composites à grande diffusion, utilisée dans la plus large gamme et le plus grand nombre de structures.

Elle est parmi l'une des premières à avoir été utilisée dans le domaine du composite, en maintenant le renfort dans sa position initiale et en assurant la transmission des efforts.

### II.1 OBTENTION DE LA RESINE POLYESTER INSATURE

Pour arriver au stade final d'un polyester complètement polymérisé, 2 étapes sont nécessaires :

- Préparation de la résine polyester insaturé (réalisée chez le fournisseur ou le formateur)
- Réticulation de la résine polyester insaturé (réalisée par l'entreprise)

#### II.1.1. PREPARATION DE LA RESINE POLYESTER INSATURE

##### II.1.1.1. Fabrication du polyester insaturé proprement dit (prépolymère polyester insaturé) :

Par estérification-polycondensation de diols ou d'époxydes

❖ **1<sup>ère</sup> étape : Formation du monoester (estérification)** : La synthèse de monoester (entre 60°C et 130°C) se fait par addition d'un ou plusieurs diacides ou anhydrides insaturés) sur un ou plusieurs diols ou **d'époxydes**. L'anhydride insaturé le plus utilisé est l'anhydride maléique.

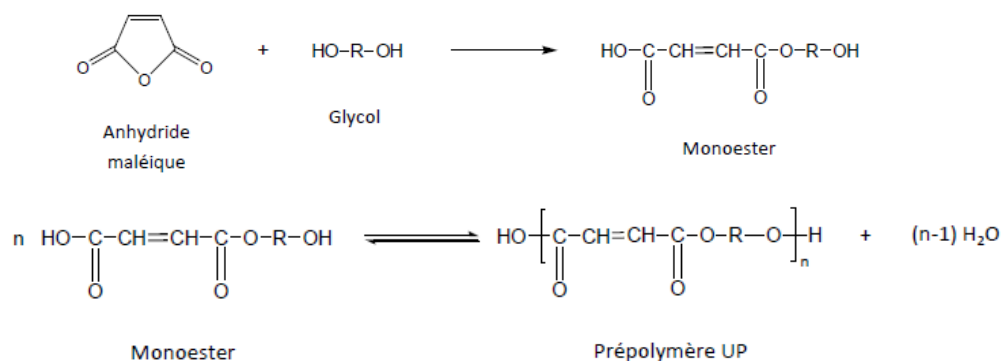
Il y a ouverture de l'anhydride par le diol. La réaction d'ouverture de l'anhydride donne une espèce mono-estérifiée.

❖ **2<sup>ème</sup> étape : Polycondensation du monoester** : Cette réaction a lieu de 160 à 220 °C.

La température est montée par palier afin d'éviter l'évaporation d'espèces de faibles masses molaires en début de réaction (glycols ou monoester).

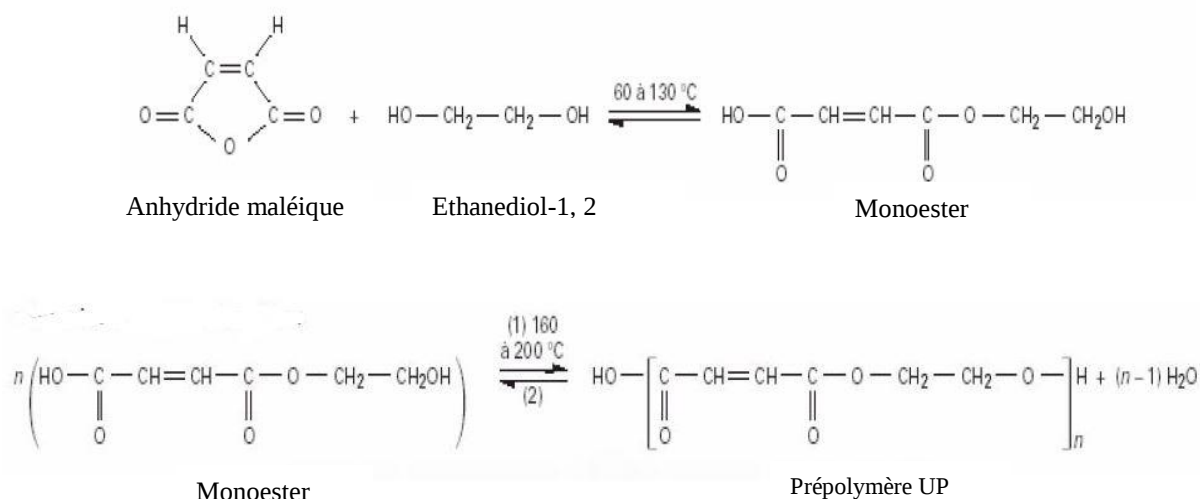
Exemple de la réaction d'un diol sur l'anhydride maléique :

### Cas général : glycol



**Figure 14 :** Synthèse du prépolymère polyester insaturé issu de l'addition d'un glycol sur l'anhydride maléique [18]

### Cas particulier : éthanediol-1, 2



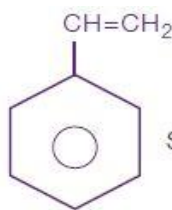
**Figure 15 :** Synthèse du prépolymère polyester insaturé issu de l'addition d'un éthanediol-1, 2 sur l'anhydride maléiques [19]

Il est nécessaire de soustraire l'eau formée pour favoriser la création des esters. On l'élimine par distillation soit sous pression normale, soit sous vide, soit en introduisant un solvant pour former un azeotrope avec l'eau afin de déplacer l'équilibre de la réaction dans le sens de la polycondensation.

#### II.1.1.2. Mise en solution (dilution) du prépolymère polyester insaturé obtenu dans un monomère insaturé et ajout d'inhibiteur de réaction

Le **monomère insaturé** généralement le **styrène** (très liquide et volatile), ajouté dans le prépolymère (entre 30 à 45 % en masse) sert dans un premier temps de solvant, puis va réagir

avec les doubles liaisons du prépolymère polyester par réticulation : il a donc une double fonction de diluant et de réactif.



**Figure 16** : Styrène [17]

**Remarque** : Pour éviter tout avancement de cette réaction, la résine est stabilisée dans le temps (pendant son stockage) avec un **inhibiteur de réaction** : l'hydroquinone qui est majoritairement utilisé. Celui-ci va inhiber la polymérisation avant la dilution par le styrène (ou par un autre monomère). Il évite la prise en gel prématurée de la résine polyester pendant le stockage (assure la stabilité de la résine pendant son entreposage) sachant qu'elle contient un diluant réactif.

La résine et le diluant réactif restent stables et ne réagissent pas.

**Explication** : L'inhibiteur retarde le début de la copolymérisation et permet, par exemple, une meilleure imprégnation des renforts en raison de son effet retardateur.

Pour régler la viscosité, le fabricant ou le formateur va ajouter plus ou moins de styrène en fonction du processus envisagé.

Quand ces 2 démarches sont terminées, on se trouve en possession d'une résine de polyester insaturé.

Une fois produite, cette résine est vendue industriellement ou livrée aux utilisateurs déjà formulée sous forme liquide (mélange peu visqueux).

- En résumé, la résine polyester insaturé contient donc 3 composants dont :
  - Prépolymère polyester insaturé
  - Inhibiteur de réaction
  - Diluant réactif (**monomère insaturé**)

En cas de besoin, le fabricant ou le formateur peut ajouter d'autres constituants à cette résine.

Par exemple :

**a. Des charges**

Elles permettent de :

- augmenter la viscosité pour des applications verticales,
- diminuer le retrait de la résine,
- diminuer l'exothermie,
- diminuer le prix de revient,
- augmenter l'ignifugation,
- augmenter le poids de la pièce, ...

**b. Des pigments**

**c. Des agents thixotropants**

Ces agents évitent à la résine de couler sur les parties plus ou moins verticales du moule.

**d. Des anti-mousses** pour évacuer les bulles d'air formées lors de l'agitation (préparation de la résine).

**e. D'agent anti-UV** pour améliorer la stabilité aux rayons du soleil.

## II.1.2 RETICULATION DE LA RESINE POLYESTER INSATURE

Il n'y a pas polymérisation en l'absence de catalyseur.

L'agent de réticulation est livré mélangé à la résine de base (pure ou formulée par addition d'autres constituants). La réaction qui est fortement exothermique débutera grâce à l'adjonction d'un catalyseur. Si c'est nécessaire, on utilise un accélérateur.

### **Rôle du catalyseur (amorceur)** [20]

Par décomposition, il libère des radicaux libres qui provoquent la réaction de polymérisation. Cette décomposition interviendra, soit par chauffage, soit par l'action d'un accélérateur.

Les catalyseurs les plus courants sont :

- le peroxyde de benzoyle (ou PBe) employé à chaud (100°C) ou en présence d'amine tertiaire,

- le peroxyde de méthyethylcétone (ou PMec) uniquement utilisé à température ambiante avec un accélérateur au cobalt,
- le peroxyde d'acétylacétone employé à température ambiante avec un accélérateur au cobalt.

L'emploi du catalyseur dans la résine varie de **1 à 4 %** en masse.

Le catalyseur le plus utilisé est le peroxyde organique souvent à température ambiante et sa réaction est fortement exothermique.

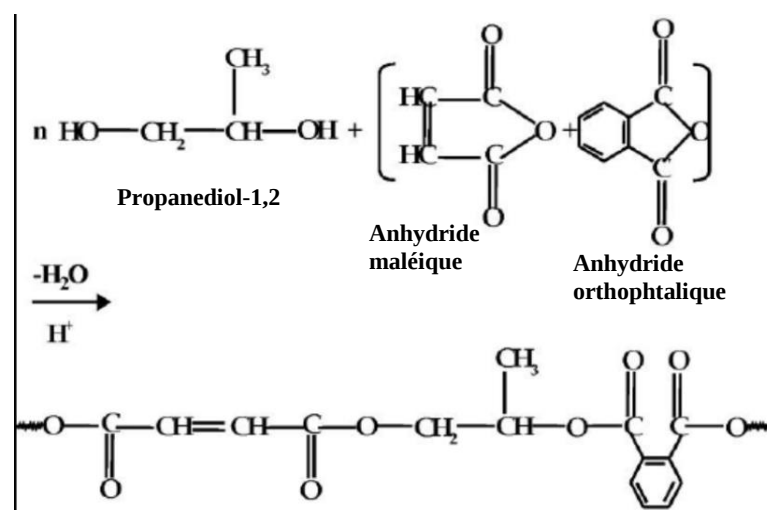
**Remarque :** Système catalyseur – accélérateur

L'apport d'énergie sous forme de chaleur suffit à décomposer le peroxyde. À froid, pour décomposer le peroxyde, on utilise souvent des accélérateurs métalliques ou organiques. C'est pourquoi, l'utilisation d'un accélérateur trouve peu d'intérêt lors des polymérisations à chaud et à moyenne température.

## II.2. LES 2 TYPES DE POLYESTER INSATURE LES PLUS PERFORMANTS

On peut citer : **les résines polyesters orthophtaliques** et **les résines polyesters isophtaliques** selon l'anhydride ou l'acide utilisé.

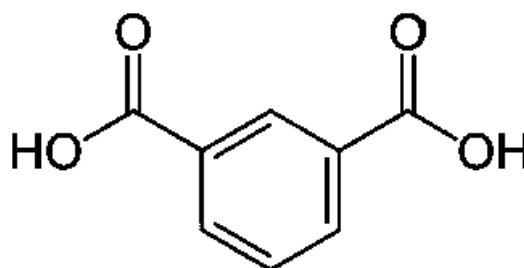
- Les résines polyesters **orthophtaliques** sont obtenues à partir de l'anhydride orthophtalique qui est le moins cher avec l'anhydride maléique et le glycol selon la réaction suivante.



**Figure 17:** Réaction de polycondensation de la résine UP orthophtalique [17]

Sa forme d'anhydride lui donne une bonne réactivité par rapport à ses isomères acides. Ces résines sont les plus couramment utilisées.

- Les résines polyesters **isophtaliques** sont synthétisées à partir d'acide isophtalique. Elles possèdent de meilleures performances mécaniques ainsi qu'une meilleure résistance à l'hydrolyse par rapport aux résines orthophtaliques. Elles offrent une meilleure tenue en milieu humide (marin) et au vieillissement. Cependant, les résines isophtaliques sont généralement plus longues à synthétiser ainsi que plus visqueuses.



**Figure 18 :** Acide isophtalique [17]

#### **Remarque :**

Les diacides ou anhydrides peuvent être saturés ou non. Un mélange d'acides saturés et insaturés est souvent utilisé afin de pouvoir contrôler la densité de réticulation. En effet, les diacides saturés permettent d'augmenter la distance entre les nœuds de réticulation. Une résine composée uniquement d'acides insaturés sera généralement trop cassante, dû à une réticulation trop importante. En revanche, une résine avec trop peu d'acides insaturés sera moins réactive et plus flexible.

L'anhydride maléique, d'un faible coût, est le monomère le plus utilisé pour apporter des insaturations.

### **II.3. LES PROPRIETES DES RESINES POLYESTERS**

L'utilisation de ce type de résine offre plusieurs avantages dont la facilité de mise en œuvre. Pour bien intégrer ce type de matrice aux matériaux composites, il est nécessaire d'en connaître les propriétés.

### II.3.1. LES PROPRIETES GENERALES DES RESINES POLYESTERS

- La facilité de mise en œuvre des résines liquides;
- Leur copolymérisation rapide sans élimination de gaz ou de liquide;
- Leur stabilité dimensionnelle;
- Leurs propriétés isolantes;
- Leurs bonnes propriétés mécaniques;
- Leur facilité de coloration ou de modification.

### II.3.2. LES PROPRIETES PHYSIQUES

**a) Densité** (1,10 à 1,50) : sa mesure permet le calcul du retrait volumique.

**b) Retrait** : il accompagne toute copolymérisation et est essentiellement lié au taux de doubles liaisons, de l'ordre de 6 à 10 %. C'est une des propriétés inévitables et gênantes des polyesters.

**c) Indice de réfraction** (1,54 à 1,57) : il constitue une caractéristique importante qui régira l'aspect dans certaines applications des résines renforcées par des fibres de verre ; il est fonction des matières premières.

**d) Dureté** : elle est fonction de la température de mesure et des matières premières. On l'exprime dans des échelles conventionnelles : dureté Barcol : 35 à 40 ou dureté Persoz : 230 à 250. Elle rend compte du degré de polymérisation atteint.

Résumé :

**Tableau 6 :** Propriétés physiques des résines polyesters

| Propriété physique          | Valeur                                                  |
|-----------------------------|---------------------------------------------------------|
| <b>Densité</b>              | 1,10 à 1,50                                             |
| <b>Retrait</b>              | 6 à 10 %                                                |
| <b>Indice de réfraction</b> | 1,54 à 1,57                                             |
| <b>Dureté</b>               | dureté Barcol : 35 à 40 ou<br>dureté Persoz : 230 à 250 |

Source : [18]

### II.3.3. QUELQUES PROPRIETES MECANIQUES

**a) Résistance en flexion** : selon le type de résine, elle peut varier de 40 à 170 [N/cm<sup>2</sup>] soit 0,4 à 1,70 [MPa].

La valeur maximale de la résistance correspond à un taux d'instauration particulier à chaque formule. Selon la formule, ce taux varie de 50 à 70 %.

**b) Résistance en traction** : la résistance en traction peut varier de 7 à 70 [N/cm<sup>2</sup>] soit 0,07 à 0,7 [MPa] selon le type de résine.

**c) Allongement à la rupture** : les taux élevés d'instauration entraînent un faible allongement à la rupture, de 1 à 3 % pour la plupart des résines, celui des résines flexibles atteignant 10 à 15%.

**d) Résistance en compression** : les résines polyesters ont un excellent comportement en compression. La résistance, selon les types, se situe entre 800 et 2 500 [N/cm<sup>2</sup>] soit 8 à 25 [MPa].

**e) Résistance au choc** : la résistance au choc, varie selon les types entre 60 et 220 [J/cm<sup>2</sup>].

**f) Module d'Young** : selon les types, il varie de 1 400 à 6 000 [N/cm<sup>2</sup>]. C'est une caractéristique très intéressante, non seulement pour évaluer l'état de copolymérisation d'une résine connue, mais également pour suivre l'évolution du comportement d'une résine au cours d'un vieillissement naturel ou accéléré.

Résumé :

**Tableau 7** : Propriétés mécaniques des résines polyesters

| Propriété mécanique       | Valeur                                                                     |
|---------------------------|----------------------------------------------------------------------------|
| Résistance en flexion     | 40 à 170 [N/cm <sup>2</sup> ] soit 0,4 à 1,70 [MPa]                        |
| Résistance en traction    | 7 à 70 [N/cm <sup>2</sup> ] soit 0,07 à 0,7 [MPa]                          |
| Allongement à la rupture  | 1 à 3 % pour la plupart des résines<br>10 à 15% pour les résines flexibles |
| Résistance en compression | 800 et 2 500 [N/cm <sup>2</sup> ] soit 8 à 25 [MPa]                        |
| Résistance au choc        | 60 et 220 [J/cm <sup>2</sup> ]                                             |
| Module d'Young            | 1 400 à 6 000 [N/cm <sup>2</sup> ]                                         |

Source : [18]

#### II.3.4. TENUE CHIMIQUE

La tenue des polyesters insaturés aux divers agents chimiques est liée à leur structure qui présente deux points faibles :

- les fonctions ester peuvent être hydrolysées en molécules de petites tailles et passent facilement en solution;
- les ponts polystyrène sont facilement détruits par les oxydants et les solvants; le réseau tridimensionnel est alors dégradé et par suite, les propriétés mécaniques.

Ces réactions d'hydrolyse sont fortement tributaires de la température et du taux d'humidité du milieu agressif.

- Tenue aux alcalis : faible, il y a saponification.
- Tenue aux acides : bonne dans les solutions diluées, mauvaise dans les acides oxydants concentrés.
- Tenue aux acides réducteurs : faible.
- Tenue aux sels : bonne.
- Tenue aux alcools : bonne (surtout pour les résines isophtaliques).
- Tenue aux cétones : mauvaise.
- Tenue aux amines : mauvaise.
- Tenue aux hydrocarbures : bonne à froid, mauvaise à chaud.
- Tenue aux solvants halogénés : mauvaise.
- Tenue à  $\text{SO}_2$  : bonne.
- Tenue à  $\text{NH}_3$  : mauvaise. Les tenues chimiques précédentes ne sont valables que pour les résines classiques.

Il existe une gamme de résines polyesters dites à haute résistance chimique et caractérisées par :

- une masse moléculaire élevée;
- un faible pourcentage de fonctions esters (glycol lourd);
- un taux de réticulation élevé (teneur en doubles liaisons élevée);
- une structure à tendance cristalline.

Ces résines obtenues à partir de glycols lourds ou ramifiés, à configuration symétrique sont :

- bisphénol A hydrogéné;
- néopentylglycol ;

- triméthylpentanediol, et d'un acide éthylénique à forte réactivité:
  - acides isophtalique, fumarique ou itaconique,
  - phtalate de diallyle (résistance aux solvants), sont fortement condensées pour diminuer la proportion de groupements terminaux.

### II.3.5. TENUE AU FEU

Les résines de polyesters insaturés standards présentent une mauvaise résistance à l'inflammation.

Constituées essentiellement de carbone et d'hydrogène, elles sont combustibles.

L'étude de la pyrolyse d'une résine polyester classique montre qu'il y a dépolymérisation entre 200 et 400 °C et formation de styrène monomère.

Au contact d'une flamme, ce dernier s'enflamme et transmet le feu au matériau.

Différentes voies sont possibles pour obtenir des stratifiés polyesters à comportement au feu amélioré :

- modification chimique de la résine
- incorporation de charges appropriées
- combinaison des deux voies précédentes

### **Conclusion** : [17] [20]

Nous récapitulons dans le tableau suivant les principaux avantages et inconvénients des résines polyesters insaturés.

**Tableau 8** : Avantages et inconvénients des résines polyesters insaturés

| Avantages                                                                                                                                             | Inconvénients                                                                                                                                    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Bas prix ;<br><br>Disponibilité en grande quantité<br><br>Transparent ;<br><br>Polyvalence sur le type de moulage ;<br><br>Facile à mettre en œuvre ; | Dosages délicats ;<br><br>Conservation limitée due à l'évaporation de styrène ;<br><br>Exothermie élevée ; Mauvaise performance en température ; |

|                                                                                                                                          |                                                                                                                                                                                                                                                                      |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>Durcissement rapide ;</p> <p>Bonnes résistances aux intempéries ;</p> <p>Bonnes propriétés mécaniques, thermiques et électriques.</p> | <p>Retrait au moulage important (6-15%) pouvant provoquer la déformation des pièces ;</p> <p>Faible résistance à la fatigue ;</p> <p>Mauvaise tenue aux acides forts, aux alcalis, aux solvants ;</p> <p>Mauvaise tenue au feu et dégagement de fumée important.</p> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

Source : 17

Pour de nombreuses applications, les propriétés des polymères sont modifiées en utilisant des renforts pour optimiser les propriétés mécaniques.

## Chapitre III : LE ZIZIPHUS JUJUBA

Dans notre étude, pour la fabrication du matériau composite, nous choisissons le noyau de jujube comme renfort.

### III.1. POURQUOI LE CHOIX « NOYAU DE JUJUBE » ? [22] [23] [25] [A]

Dans cette partie, nous allons d'abord expliquer le concept de développement durable. Ensuite, l'environnement et la place de la gestion des déchets seront explicités. Ces deux parties nous conduisent à l'explication de notre choix.

#### III.1.1. DEVELOPPEMENT DURABLE ET IMPORTANCE DE LA VALORISATION DES DECHETS

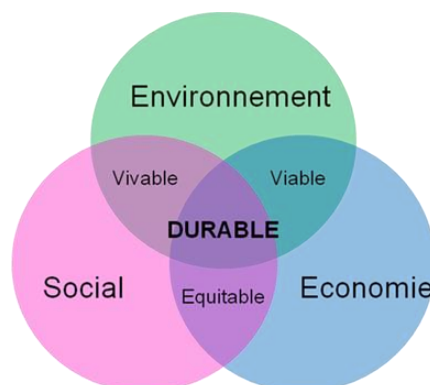
##### III.1.1.1. Développement durable : un concept d'actualité [24]

Le Développement durable est un concept d'actualité et fait partie des préoccupations mondiales. Ce concept est né face aux menaces qui pèsent sur notre planète alors que la population mondiale est en constante augmentation.

Sa première définition apparaît en 1987 dans le rapport Brundtland, publié par la Commission Mondiale sur l'Environnement et le Développement (CMED) : « Le développement durable est un développement qui répond aux besoins du présent sans compromettre la capacité des générations futures de répondre aux leurs ».

Sa finalité est de trouver un équilibre cohérent et viable à long terme entre trois piliers : environnemental, social et économique des activités humaines.

Le schéma ci-dessous résume les différents courants entrecroisés de cette notion très large.



**Figure 19** : Schéma du développement durable [22]

- La dimension environnementale consiste à préserver, améliorer et valoriser l'environnement et les ressources naturelles sur le long terme, en maintenant les grands équilibres écologiques, en réduisant les risques et en prévenant les impacts environnementaux.
- La dimension sociale vise à satisfaire les besoins humains et répondre à un objectif d'équité sociale, en favorisant la participation de tous les groupes sociaux sur les questions de santé, logement, consommation, éducation, emploi, culture...
- La dimension économique cherche à développer la croissance et l'efficacité économique, à travers des modes de production et de consommation durables.

Notre travail concerne le domaine de l'environnement et plus particulièrement la problématique des déchets dû aux noyaux de jujube.

### **III.1.1.2. Protection de l'environnement et gestion des déchets [26]**

#### Problématique des déchets dans le monde

Les déchets constituent un problème majeur dans chaque pays et leurs quantités sont en augmentation à cause de l'augmentation des activités et des populations. C'est un facteur principal de dégradation de l'environnement dans les pays en voie de développement par manque de moyens et culture de gestion efficace des déchets.

La production mondiale des déchets a doublé durant la dernière décennie et, selon une étude de la Banque mondiale en 2012, elle devrait augmenter de 69 % entre 2012 et 2025.

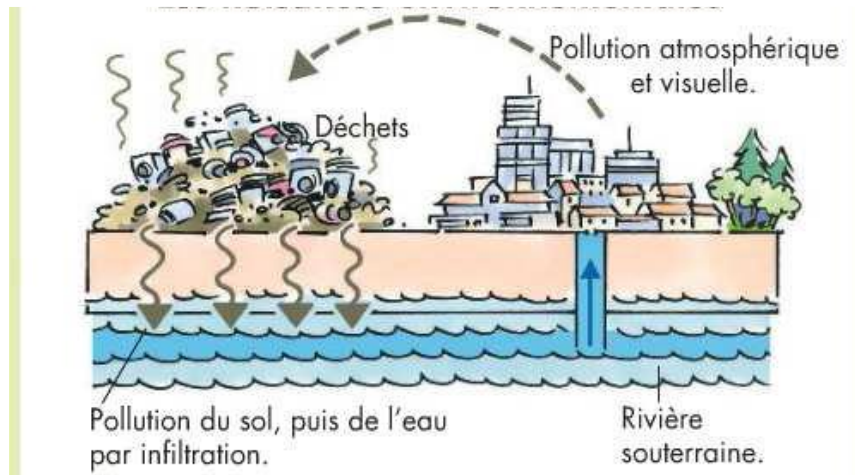
Cette croissance se situe principalement dans les pays du Sud. Selon (UNEP, 2015), seulement 50 % des déchets sont en moyenne collectés dans les villes du Sud, mais pas toujours stockés, éliminés de manière satisfaisante, tandis que l'autre moitié est disposée dans des décharges sauvages ou dispersée dans l'environnement.

Il existe plusieurs types de déchets (solides et liquides) : déchets de la collectivité locale (marchés, restaurants, ...), déchets des ménages (ordures ménagères), déchets industriels, déchets agricoles. Dans le cadre de notre étude, il s'agit de déchets agricoles relatifs aux noyaux de Jujube jetés partout après la consommation ou pourris au sol au pied du jujubier.

## Gestion des déchets

Chaque jour, plusieurs tonnes de **déchets** sont produites dans nos villes. Ils nécessitent une grande surface de stockage.

S'ils sont stockés sans précaution, ces déchets peuvent nuire à l'environnement : **pollution atmosphérique, pollution du sol, pollution de l'eau.**



**Figure 20 :** Nuisances environnementales des déchets [26]

La gestion des déchets fait partie des actions pour éviter de polluer l'environnement, c'est avant tout une action de dépollution. Elle permet donc d'éviter la pollution du sol, de l'eau, de l'air.

La gestion des déchets regroupe différentes activités : **la collecte** des déchets, **le tri** et **le traitement** nécessaires à la récupération des éléments et matériaux réutilisables. C'est-à-dire l'ensemble des opérations dont le but consiste à donner à ces déchets une nouvelle valeur d'usage : **recycler** ou **réutiliser les matériaux**.

### Explication :

**Recycler** : utiliser un déchet comme matière première pour produire un nouvel objet.

Le recyclage est donc un procédé de traitement des matériaux qui permet de réintroduire la matière du déchet sans destruction de sa structure chimique, dans la production des nouveaux objets.

**Réutiliser** : utiliser un déchet pour un usage identique ou différent de celui de la première utilisation.

Grace à cette valorisation, ces déchets peuvent devenir utiles.

## **Conclusion :**

Vu l'intérêt mondial croissant porté à la préservation de l'environnement, les déchets agricoles attirent notre attention pour leur grande disponibilité. Cet intérêt nous amène à trouver des moyens techniques pour réduire sinon valoriser ces déchets. C'est pour cette raison que nous choisissons les graines de jujube.

Comme nous savons, les jujubiers sont des arbres dits « négligés », malgré leur grand intérêt alimentaire et économique. Or, ces arbres méritent ainsi d'être mieux valorisés surtout leurs graines qui sont considérés comme des déchets inutiles.

En plus, la plupart des zones de culture des jujubiers sont des régions pauvres (zones arides, désertiques, herbacées). La valorisation des déchets agricoles dans ces régions entraîne donc un développement socio-économique de la population.

## **III.2. GENERALITES : JUJUBIER EN GENERAL [B] [C]**

Le jujubier est un arbre ou arbuste épineux des régions tempérées, subtropicales et tropicales du monde. Ceci explique qu'il est très répandu dans les zones arides et semi arides de l'Afrique (Burkina Faso, Cameroun, Mali, Niger, Sénégal...) et de l'Asie du sud (Inde, Pakistan...).

Il appartient à la famille de Rhamnacées, du genre *Ziziphus* MILL, nom dérivé de l'appellation arabe du jujubier de Barbarie : Zizouf. Ce genre a été créé par Philip MILLER en 1764, puis par DE JUSSIEU en 1789, ce dernier auteur l'a orthographié : *Zizyphus*. Selon la règle internationale d'antériorité, c'est l'orthographe de MILLER qui prévaut et doit être utilisée. Ce genre comprend entre 86 et 170 espèces.

Il est connu sous diverses appellations par exemple :

- au Maroc : Sedra, N'beg, Zerb, Azzougar ou Tazouggart.
- dans la partie orientale de Bulgarie : "hinap" ou "finab".

A Madagascar, il est représenté par quatre espèces :

- *Z. Jujuba* (Mokonazo)
- *Z. Spina-christi* (Tsinefo)
- *Z. Madecassus*
- *Z. Sinuatus*

Nos études n'ont porté que sur l'espèce *Ziziphus Jujuba* (le jujubier), sous l'appellation locale de « Mokonazo » ou « Lamotifotsy ».

### III.3. ETUDE DU GENRE ZIZIPHUS JUJUBA [27] [28] [29] [C] [D]

#### III.3.1. ORIGINE ET REPARTITION GEOGRAPHIQUE

Comme nous venons de dire précédemment, « *Ziziphus* » est dérivé de l'arabe « zizouf ». « *Jujuba* » fait référence au nom populaire employé en Inde pour désigner cet arbre. Il fut attribué par Johannes Burman (1707-1779), botaniste allemand contemporain de Linné.

Du point de vue historique, ce type de *Ziziphus* est originaire de Chine. Il voit ses origines remonter à plus de 2000ans avant Jésus-Christ c'est-à-dire plus de 4000ans, d'où son autre appellation « *Jujuba* de Chine ».

On trouve principalement cet arbre en Asie, en Amérique, dans le sud de la France, en Afrique surtout en Algérie dans la région d'Annaba que l'on surnomme «la ville des jujubiers ».

Il est introduit à Madagascar par les Hindous, et qui pousse abondamment dans les savanes arborées du Nord-Ouest, Ouest et Sud-Ouest malgaches. De nombreux pieds subsponsanés ont été trouvés sur les hauts plateaux, autour d'Antananarivo.

#### III.3.2. CLASSIFICATION BOTANIQUE ET CARACTERISTIQUE

Nom scientifique : « *ziziphus jujuba* » ou « *ziziphus vulgaris* ».

C'est un arbre fruitier.

- Règne : Plantae
- Division : Magnoliophyta
- Classe : Magnoliopsida
- Ordre : Rhamnales
- Famille : Rhamnacées
- Genre : *Ziziphus*
- Espèce : *Ziziphus jujuba*
- Type : arbuste vivace
- Origine : Chine
- Variétés : *ziziphus africana*, *ziziphus amphibia*, *ziziphus nabeca*, *ziziphus insularis*, *ziziphus angolito*
- Nom vernaculaire : Mokonazo, Lamotifotsy

- Dénomination : guindanliers, chichourlier ou dattier chinois

### III.3.3. MORPHOLOGIE ET CARACTERISTIQUES PHYSIOLOGIQUES

#### III.3.1.1. Port

Le *Ziziphus jujuba* a l'aspect d'un arbuste qui peut atteindre 12m de haut mais plus généralement 6 à 8 m.

Cet arbre se distingue par ses branches épineuses et son port arrondi avec une forme similaire à un pleureur.

Son tronc est à écorce brune et rose, avec un aspect très décoratif.

L'écorce du tronc âgé, profondément crevassée est beige rosé. L'arbre a tendance à drageonner.

De croissance rapide à l'état jeune, beaucoup plus lente sur la plante adulte, le jujubier résiste aux intempéries, même aux températures pouvant descendre jusqu'à -15°C. Les quatre premières années de sa croissance, le jujubier ne vous offrira aucun fruit. Par contre, plus il vieillit, plus sa production de jujubes augmentera.

Un jujubier en plein épanouissement peut produire jusqu'à 80 à 130 kg de fruits.



**Photo 15** : Aspect du jujubier [C]

#### III.3.1.2. Branches

Ses branches sont épineuses.

### III.3.1.3. Feuilles

Les feuilles petites, luisantes, caduques et coriaces, disposées sur 2 rangs, sont ovales (2,5-5 x 1,7-3 cm), arrondies à la base, atténuées-obtuses au sommet, plus ou moins dentées en scie sur les bords.

Elles sont en outre marquées de trois nervures parallèles.

Leur coloris vert lustré très attractif est un peu plus clair au revers et vire au jaune à l'automne avant la chute des feuilles.



**Photo 16 :** Feuilles du jujubier [C]

### III.3.1.4. Fleurs

Des petites fleurs parfumées de 3-4 mm, blanches à jaunâtres apparaissent à l'aisselle des feuilles, groupées en bouquets par 2 à 5, en janvier-février. Elles sont constituées de 5 sépales et de 5 pétales un peu plus courts. Les fleurs sont suivies de fruits charnus.

### III.3.1.5. Fruits

Les petits fruits produits par le jujubier (*Ziziphus jujuba*) sont appelés « **jujubes** » ou « **dattes chinoises** » ou « dattes rouges » ou encore « chichourles ». Ils sont aussi connus sous le nom de « Da Zao » depuis des millénaires.

#### Examinons un fruit :

C'est une drupe oblongue d'environ **15 à 30mm de long et de 10 à 20mm de diamètre**, qui renferme un noyau dur allongé. De la pulpe charnue entoure le noyau. Jeune, il est vert et a le goût et la consistance de la pomme puis brun. A maturation, la couleur s'assombrit et devient noire violacée, puis le fruit se flétrit pour atteindre la consistance et goût d'une dattes, d'où son surnom de dattes chinoises. Sa chair jaune spongieuse, un peu gélatineuse est farineuse, savoureuse, sucrée.

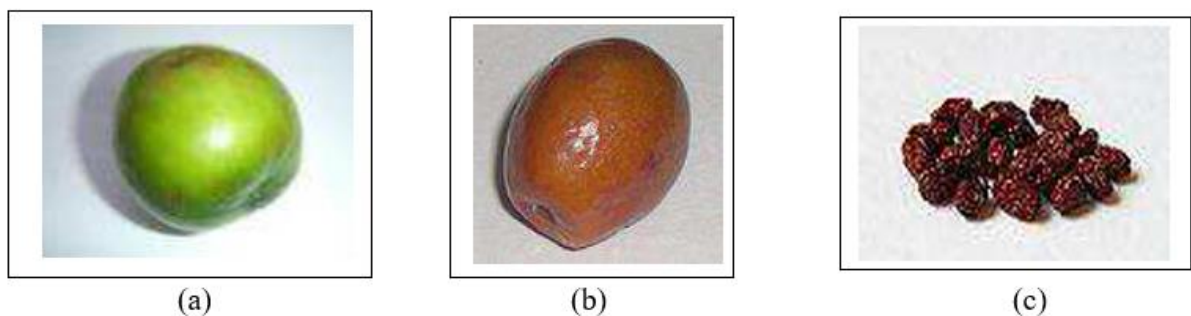
Par son goût à la pomme en un peu plus doux, en France on l'appelle aussi « pomme Surette ».

Ce fruit ressemble un peu à des olives.

Il se fripe en vieillissant comme une datte et sa chair est alors un peu fibreuse et comporte également un noyau oblong, ligneux et ressemble à celui d'une olive.



**Photo 17 :** Différents aspects du jujubier [28] [C]



**Photo 18 :** (a) Jujube vert, (b) Jujube mûr, (c) Jujubes séchés [28]

Le ziziphus jujuba se distingue alors de tous les autres jujubiers par ses fruits :

- Gros
- Légèrement acides

### **Les compositions chimiques**

Du point de vue composition chimique, la pulpe de cette drupe comestible est très riche en vitamines, A, C, en fer, en phosphore et calcium, en protéines, en sels minéraux et bien sûr en sucre.

Ils contiennent 14 à 16 % de sucre et 160 mg de vitamine C pour 100 g de pulpe.

Les fruits peuvent être conservés pendant près de 6 mois, tout en conservant quasiment la même quantité de vitamines A et C.

### III.3.4. CULTURE ET CARACTERISTIQUE VEGETATIVE DU ZIZIPHUS JUJUBA

Le jujubier apparaît comme l'un des fruitiers spontanés qui supportent le mieux les fortes températures et les longues périodes (de 6 à 12 mois parfois) sèches. Très rustique, le jujubier se rencontre dans des stations pluviométriques parfois très faibles (100 mm). Sa plasticité écologique lui confère un intérêt accru surtout pour les régions dans un contexte de désertification et de baisse des productions agricoles.

#### **Choix du site de plantation**

La plantation du jujubier ne demande pas d'effort particulier : veuillez juste planter l'arbre dans un endroit ensoleillé, sec, une terre sableuse ou pierreuse et bien drainée. Le jujubier ne supporte pas les terrains lourds et trop humides, encore moins l'eau stagnante.

#### **Plantation et entretien du jujubier**

Mis à part la première année suivant son implantation où il faudra l'arroser souvent et lui donner beaucoup d'engrais (indispensable pour assurer une bonne croissance), le jujubier n'aura pas besoin d'entretien particulier. Il suffit en effet de le débarrasser de ses bois morts et de lui donner, avant l'hiver, la forme de votre choix. L'apport d'un peu de fumier au printemps ne peut que lui faire du bien.

C'est donc un arbre assez facile à faire pousser, et pour lequel on ne connaît qu'un inconvénient : il pousse lentement, et il faut généralement attendre environ 4 ans avant de pouvoir profiter de ses fruits. Plus il vieillit, plus il produit.

Sa croissance est lente, son espérance de vie atteint 30 à 40 ans et il résiste à des températures hivernales descendant jusqu'à -15°C.

#### **Modalité de culture**

Pour faire pousser cet arbre, on peut semer un noyau scarifié de jujubier, mais il peut mettre un an à lever. On peut faire aussi des boutures de tiges ligneuses ou encore une séparation des drageons.

## Récolte

A Madagascar, la période de floraison est janvier-février, les jujubes se récoltent à partir du mois de juin quand elles se colorent bien et qu'elles sont bien mûres.

### III.3.5. VERTUS MULTIPLES [30] [E]

Pour la plupart des gens, le jujubier est un arbre insignifiant et le jujube, considéré comme fruit réservé aux gens pauvres ou ordinaires. Or plusieurs recherches ont démontré que le jujubier possède plusieurs vertus et atouts. Ce qui nous amène à inciter les populations à avoir un nouveau point de vue sur cet arbre.

#### III.3.5.1. **Vertus alimentaires**

Le jujubier joue un rôle important dans l'alimentation humaine. C'est sans doute sous l'action de l'homme et des animaux, en particulier les ruminants, que l'aire de distribution et la densité des peuplements de *Ziziphus* se sont donc considérablement étendues.

C'est son fruit qui constitue son intérêt principal du point de vue vertus alimentaires ou intérêts nutritionnels.

« Jujube » peut sembler étrange comme un nom de fruit, mais c'est un accumulateur de nutriments. C'est un aliment très puissant qui donne un coup de pouce sain aux millions de personnes qui connaissent sa véritable valeur.

On peut le consommer frais afin de pouvoir profiter de sa richesse en vitamines, en sucre, en calcium et en fer.

Une fois mûr et donc bien rouge, le jujube peut servir à faire des confitures, du sirop de fruits, des conserves ou de la liqueur. Il est aussi possible de les faire sécher au soleil puis les piler et tamiser et les transformer en farine pour faire des galettes. 2,2kg de jujubes peuvent fournir 1kg de farine.

On peut faire de la pâte de jujube avec une décoction du fruit, du sirop de sucre, de l'eau de fleur d'oranger et de l'eau pure.

On peut produire du miel de jujubier issu du butinage par les abeilles de ses fleurs.

**Tableau 9 : Valeur nutritive du jujube**

| Poids/volume | Crus 70g (5 moyennes) | Séchés 35g |
|--------------|-----------------------|------------|
| Calories     | 55 kcal               | 100 kcal   |
| Protéines    | 0,8 g                 | 1,3 g      |
| Glucides     | 14,2 g                | 25,8 g     |
| Lipides      | 0,1 g                 | 0,4 g      |
| Vitamine C   | 48 mg                 | 4,6 mg     |

Source: [30]

Avec 79 calories pour 100g, c'est un fruit qui possède aussi beaucoup de fer, de phosphore, de calcium, de sodium, de potassium et de la vitamine A.

### III.3.5.2. Vertus médicinales

Comme dans le cas des vertus alimentaires, c'est aussi son fruit qui constitue son intérêt principal du point de vue vertus médicinales.

Ce fruit est utilisé depuis des siècles en Chine en tant que complément alimentaire qui favorise l'énergie vitale, tonifie le foie et réduit la nervosité.

Peu importe la façon dont nous mangeons les jujubes, les antioxydants puissants et les composés organiques présents dans ce fruit impressionnant nous donneront un large éventail d'effets positifs.

Mais la meilleure méthode de profiter de leurs vertus est certes sa consommation en tant que fruit.

Les nombreuses vertus curatives du jujube pourront faire l'objet d'une extension ultérieure à cette étude dans d'autre domaine, mais nous pouvons déjà citer les propriétés et applications suivantes, découvertes par différentes recherches :

- Le fruit du jujubier est réputé pour contenir des principes actifs anti-inflammatoires et anti-microbiens. Il agit donc favorablement contre la toux et les infections des voies respiratoires. Il est aussi utilisé pour soigner les diarrhées, grâce à ses propriétés astringentes, et il aide également à faire baisser la fièvre.

Comme il contient beaucoup de vitamines C, il protège contre la grippe.

- L'huile de jujube est utilisée en cosmétique. On peut produire aussi des cosmétiques à base de pulpe de jujube.

- Il est aussi employé, en décoction, comme adoucissant, stimulation du sommeil.
- Les bienfaits les plus intéressants du jujube sont sa capacité à traiter le cancer, à améliorer la condition de la peau, à protéger le foie et à détoxifier le corps.

#### Autres avantages pour la santé :

##### **Régule la circulation :**

Le fruit du jujube est une riche source de fer et de phosphore, qui sont des ingrédients clés dans les globules rouges. En augmentant la consommation de fer et de phosphore avec des fruits de jujubier, on peut augmenter le flux sanguin, oxygénant ainsi les systèmes d'organes de manière plus efficace, en ayant un regain d'énergie.

##### **Améliore la force des os :**

En augmentant les minéraux comme le calcium, le phosphore et le fer (qui sont tous répandus dans les jujubes), les os restent résistants et forts. Au fur et à mesure qu'on vieillit, on a tendance à souffrir d'ostéoporose et d'autres problèmes de dégradation des os, alors l'ajout de jujubiers à l'alimentation peut ralentir ou inverser cette tendance.

##### **Contrôle le poids :**

La consommation de jujubes est recommandée contre la prise de poids. Avec un faible nombre de calories et un niveau élevé de protéines et de fibres, le jujube peut satisfaire les besoins nutritionnels. Ce qui évitera le grignotage entre les repas. Cela aidera à maintenir le régime alimentaire ou à prévenir tout gain de poids supplémentaire.

##### **Augmente l'immunité :**

Le Jujube est capable de bénéficier au système immunitaire de nombreuses façons différentes, en raison de sa forte teneur en antioxydants, notamment de la vitamine C, de la vitamine A et de divers composés organiques et acides. Les antioxydants sont capables de neutraliser les radicaux libres, qui sont responsables de nombreuses maladies chroniques et maladies dans le corps. La vitamine C stimule également la production de globules blancs, la première ligne de défense de notre système immunitaire.

Les convalescents sont encouragés à en consommer.

**Réduit le stress et l'anxiété :**

Le jujube a été prouvé pour avoir certains effets anxiolytiques et apaisants sur le corps. La consommation du fruit lui-même peut avoir un impact sur les niveaux hormonaux et induire une sensation de calme et de détente dans l'esprit et le corps.

**Soin de la peau :**

Le jus et l'extrait de jujube ont été utilisés par voie topique pour traiter diverses irritations et inflammations de la peau, y compris le psoriasis, l'eczéma et l'acné. La consommation du fruit jujube pour obtenir les mêmes effets. Il peut également aider à prévenir l'apparition de rides et de cicatrices, tout en gardant la peau énergisée avec du sang oxygéné.

**Mot de prudence :**

Les jujubes peuvent être dangereux pour les personnes souffrant de diabète.

**III.3.5.3. Vertus en agriculture et élevage****Agroforesterie :**

L'espèce est très utilisée dans les systèmes agroforestiers tels que les haies vives défensives.

Il peut être utilisé aussi comme clôture vivante et naturelle autour des jardins ou des habitations, et barrière de protection contre le vent.

**Fourrage animale :**

Dans certaines parties de l'Inde et de l'Afrique du Nord, les feuilles de jujube sont utilisées comme fourrage nutritif pour les moutons et les chèvres.

L'analyse de ses constituants en produits chimiques, sur la base du poids sec (après déshydratation pour étude en laboratoire) indique que les feuilles contiennent :

- 15,4% de protéines brutes,
- 15,8% de cellulose brute,
- 6,7% de matières minérales et
- 16,8% d'amidon.

### **Vertu médicinale en élevage :**

Les racines pilées sont ajoutées à l'eau potable et donnés à la volaille souffrant de diarrhée.

#### **III.3.5.4. Vertus environnementales**

- L'ornementation : Le jujubier est réputé pour ses qualités ornementales. Visuellement, le jujubier se caractérise par une silhouette assez irrégulière, un port tombant, des feuilles ovales, pointues et crénelées, et un feuillage brillant ; ce qui en fait un très bel arbre d'ornement. Lors de la floraison, le jujubier se pare de fleurs blanches ou jaunes assez parfumées.



**Photo 21 : Jujubier : arbre d'ornement [28]**

- Le contrôle de l'érosion : Une espèce appropriée pour aider à la fixation du sable de dunes côtières et lutter contre l'érosion de plages.
- Ombre ou abri : L'arbre aurait été apprécié à être planté pour l'ombre, aussi bien en rase campagne qu'en ville et comme brise-vent (champs, clôture arborée de résidence, prévention contre les grands vents cycloniques, etc.).
- Régénération des sols appauvris et impropres aux cultures : comme c'est un arbre qui peut résister à la chaleur sévère, au gel et à la sécheresse par conséquent, il est planté dans les zones arides et sur les sites impropres à d'autres cultures.

- Limite ou barrière de soutien : Arbre utile comme haie vive ou haie sèche à cause de ses tiges et ses branches épineuses, qui servent comme protection contre les dents du bétail pour les jeunes plantes ou les champs.

Il est souvent « favorisé » par les agriculteurs en association avec d'autres espèces, pour la confection de ces haies.

### **III.3.5.5. Autres utilisations**

#### **La production de bois d'ameublement :**

- Son bois dur qui résiste bien aux termites, est utilisé pour la confection d'outils : manches d'outils, outils agricoles, piquets de tente, crosses de fusil, jougs, herses, jouets, ustensiles de ménage, quilles, battes de baseball, pièces de bois pour voiliers et diverses applications dans le nautisme, ...
- Il est également approprié pour la production de placages et de contreplaqués. Fondamentalement, tout produit qui a besoin d'un bois durable, à grain fin peut être fait de celui-ci.
- Il est aussi apprécié des artisans charpentiers et des artistes sculpteurs. Par exemple, il est utilisé en ébénisterie où on l'appelle "Acajou d'Afrique".

#### **La production de charbon de bois :**

Le bois de jujube est excellent pour la production de charbon de bois ou de bois de chauffage. Des chercheurs affirment que son rendement calorifique est estimé à quelques 4900 kilocalories par kilogramme de bois.

## **CONCLUSION PARTIELLE**

L'étude bibliographique nous a permis d'une part, de connaître les généralités sur les matériaux composites ainsi que l'étude de leurs différents constituants (renforts, matrices, charges et additifs) ; et d'autre part, de révéler les caractéristiques physiologiques et végétatives du jujubier ainsi que ses propriétés chimiques et ses multiples vertus avec l'utilité des différentes parties de l'arbre.

Concernant les matrices, on a aussi recours à l'étude approfondie d'un cas particulier : le Polyester insaturé.

Comme notre recherche concerne la fabrication d'un matériau composite à partir de polyester insaturé et de noyaux de jujube, par la suite nous avons mené des expérimentations dans ce sens.

**PARTIE II :**

**ETUDES**

**EXPERIMENTALES**

## Chapitre IV. IDENTIFICATION DES MATIERES PREMIERES

### IV.1. OBTENTION ET PREPARATION DES NOYAUX

#### a) Collecte des matières premières

Le grain de jujube est ramassé pendant la saison sèche sur une période de récolte relativement courte (2 à 3 mois).

Le fruit déjà sec est ainsi ramassé directement au sol, manuellement, après que le jujubier ait été éventuellement secoué.

Les fruits doivent être matures.

#### b) Décortiquage des graines

Avant toute opération, le décortiquage des graines est nécessaire.

Cette opération a pour but d'enlever les pulpes et d'extraire les noyaux qui vont être utilisés pour la fabrication du matériau composite.

Pour ce faire, on peut utiliser 3 méthodes :

##### 1<sup>ère</sup> méthode

On trempe les graines dans l'eau durant 3 jours mais cette méthode paraît difficile.

##### 2<sup>ème</sup> méthode

On fait bouillir les graines durant 10 minutes.

##### 3<sup>ème</sup> méthode

Pilage au mortier pour détacher la pulpe des noyaux de jujube (valable seulement pour les graines sèches).

Une fois la pulpe détachée par pilage, le tamisage grossier permet d'éliminer les pulpes pour isoler les noyaux de jujube.

#### c) Lavage des noyaux obtenus : Pour débarrasser des résidus collés aux noyaux.

#### d) Séchage au soleil des noyaux : Après l'obtention des noyaux, on les fait sécher.

## IV.2. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DES NOYAUX DE JUJUBE

### IV.2.1. PESAGE DES NOYAUX

Nous avons mené l'expérimentation au laboratoire organique de l'ESPA (Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo).

Afin de connaître la masse d'un noyau, nous avons procédé au pesage à l'aide d'une balance de précision.

Pour ce faire, nous avons pris 5 échantillons contenant chacun 20 noyaux de jujube. A titre de comparaison, nous considérons successivement des noyaux de jujube murs et des noyaux de jujube desséchés.

La masse de chaque échantillon ainsi que la masse moyenne d'un noyau dans chaque échantillon est illustrée dans les tableaux suivants :

**Tableau 8 :** Détermination de la masse moyenne du noyau de jujube mur.

| Echantillons                 | Masse de chaque échantillon (g) | Masse d'un noyau (g)<br>(masse de chaque échantillon/20) |
|------------------------------|---------------------------------|----------------------------------------------------------|
| 1                            | 24,411                          | 1,220                                                    |
| 2                            | 21,245                          | 1,062                                                    |
| 3                            | 22,500                          | 1,125                                                    |
| 4                            | 22,550                          | 1,128                                                    |
| 5                            | 22,000                          | 1,100                                                    |
|                              |                                 |                                                          |
| Masse totale                 | 112,706                         | 5,635                                                    |
| Masse moyenne d'un noyau (g) |                                 | <b>1,127</b>                                             |
| Ecart-type                   |                                 | 0,05211                                                  |

Source : auteur

La masse moyenne d'un noyau de jujube est donnée par la formule :

- masse moyenne =  $\frac{\text{masse totale d'un noyau}}{5}$

Soit : masse moyenne (noyau de jujube mur) =  $\frac{5,635}{5} = 1,127 \text{ g}$

- écart-type =  $\sqrt{\frac{1}{N} \sum_i (x_i - \bar{x})^2}$

$$\text{écart-type} = \sqrt{\frac{1}{N} [(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + (x_3 - \bar{x})^2 + (x_4 - \bar{x})^2 + (x_5 - \bar{x})^2]}$$

Avec N=5,  $x_1=1,220$ ,  $x_2=1,062$ ,  $x_3=1,125$ ,  $x_4=1,128$ ,  $x_5=1,100$  et  $\bar{x}=1,127$

écart-type = 0,05211 (faible)

Après le calcul, nous avons trouvé 1127 mg comme masse moyenne du noyau de jujube.

**Tableau 9 :** Détermination de la masse moyenne du noyau de jujube desséché.

| Echantillons                 | Masse de chaque échantillon (g) | Masse d'un noyau (g)<br>(masse de chaque échantillon/20) |
|------------------------------|---------------------------------|----------------------------------------------------------|
| 1                            | 11,546                          | 0,577                                                    |
| 2                            | 12,312                          | 0,616                                                    |
| 3                            | 11,000                          | 0,550                                                    |
| 4                            | 11,133                          | 0,556                                                    |
| 5                            | 12,285                          | 0,614                                                    |
|                              |                                 |                                                          |
| Masse total                  | 58,276                          | 2,913                                                    |
| Masse moyenne d'un noyau (g) |                                 | <b>0,5826</b>                                            |
| Ecart-type                   |                                 | 0,02794                                                  |

Source : auteur

- masse moyenne (noyau de jujube mur) =  $\frac{2,913}{5} = 0,5826$  g soit 582,6mg.
- écart-type=0,02794 (faible)

✓ **Remarque :** Il est très important de remarquer que les noyaux de jujube desséchés de masse environ 58,28g utilisés sont obtenus à partir de 215,75g de jujubes secs. Donc, on peut en tirer que : pour 1000g de jujubes secs, on peut obtenir environ 270,12g de noyaux.

**Conclusion :** Le noyau de jujube desséché se rétrécit jusqu'à 51,70% de son poids à l'état mur. Dans tout ce qui suit, mieux vaut donc utiliser des noyaux desséchés pour éviter tout rétrécissement au cours du temps.

#### IV.2.2. POURCENTAGE DU NOYAU DANS UNE GRAINE SECHE

Nous avons repris les valeurs procédées au pesage de 5 échantillons contenant chacun 20 graines, comme on a fait précédemment. Ensuite, nous avons extrait les noyaux et avons refait le pesage.

**Tableau 10 :** Pesage consécutif des noyaux et des graines

| Echantillons                       | Masse de chaque échantillon de graines séchées(g) | Masse des noyaux (g) |
|------------------------------------|---------------------------------------------------|----------------------|
| 1                                  | 47                                                | 10,50                |
| 2                                  | 48                                                | 11,76                |
| 3                                  | 54                                                | 13,04                |
| 4                                  | 51                                                | 12,88                |
| 5                                  | 49                                                | 12,11                |
|                                    |                                                   |                      |
| Masse moyenne d'un échantillon (g) | 49,80                                             | 12,06                |
| Ecart-type                         |                                                   | 0,91201              |

Source : auteur

Le pourcentage des noyaux sera donné par la formule :

$$\% \text{ noyau} = \frac{\text{masse moyenne noyau}}{\text{masse moyenne graine}} \times 100$$

Calcul :

$$\% \text{ noyau} = \frac{12,06}{49,80} \times 100 = 24,2 \%$$

Le noyau représente donc environ **24,2 %** du poids de la graine. D'où celui de la pulpe est 75,8%.

#### IV.2.3. DETERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE

##### IV.2.3.1. Matériels nécessaires :

-Un tube cylindrique de dimension :

diamètre d = 6cm ;

hauteur h = 6cm

-Balance de précision

#### IV.2.3.2. Procédés à suivre

-On calcule le volume du tube suivant la formule :

$$V = \pi \frac{d^2}{4} \times h$$

avec  $\pi=3,14$

On trouve  $V=169,56 \text{ cm}^3$

-On tare le tube

-On le remplit de la substance étudiée

-En connaissant la masse  $m$  de la substance dans le tube, on applique la formule :  $\rho = \frac{m}{V}$

Après avoir rempli le récipient de noyaux de jujube, on le comprime.

Le volume apparent des noyaux de jujube correspond donc au volume  $V$  du récipient.

#### IV.2.3.3. Résultats

Dans notre expérience, nous utilisons 3 catégories différentes de noyaux selon leur dimension et leur aspect, dont le processus d'obtention sera développé ultérieurement :

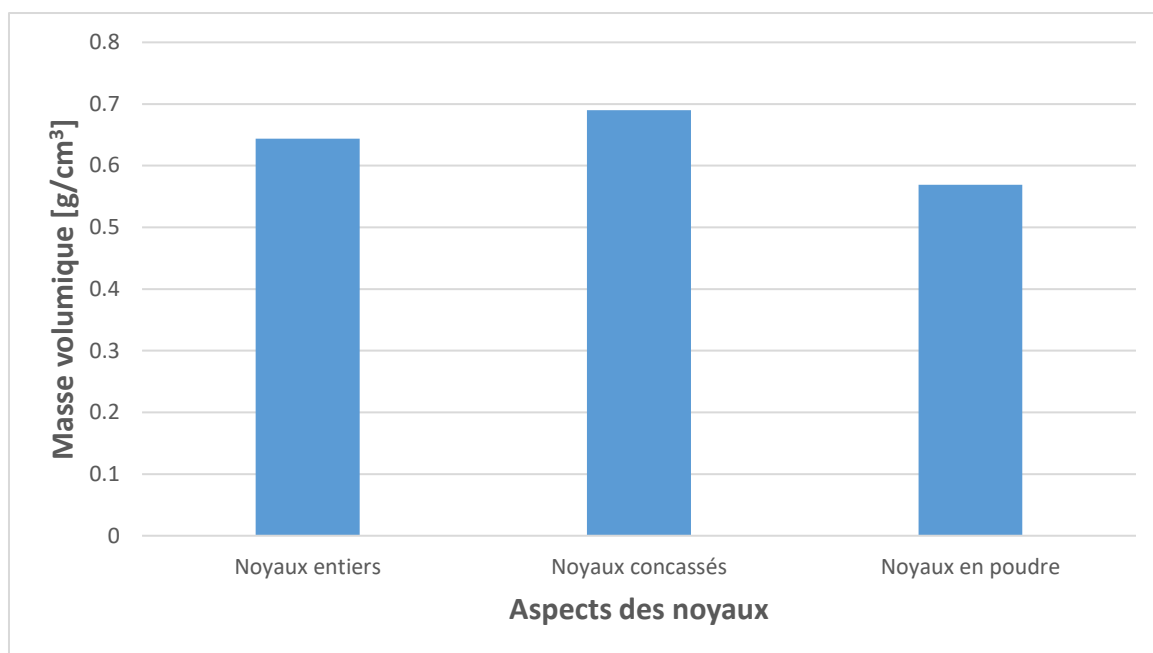
- noyaux entiers
- noyaux concassés
- noyaux broyés en poudre

Après avoir appliqué la formule de la masse volumique, on a les résultats suivants :

**Tableau 11** : Masse volumique apparente des noyaux de jujube

|                                                   | Noyaux entiers | Noyaux concassés | Noyaux en poudre |
|---------------------------------------------------|----------------|------------------|------------------|
| Masse $m$ [g]                                     | 109,196        | 116,996          | 96,479           |
| Volume $V$ [cm <sup>3</sup> ]                     | 169,56         | 169,56           | 169,56           |
| Masse volumique $\rho$<br>en [g/cm <sup>3</sup> ] | 0,644          | 0,690            | 0,569            |

Source : auteur



**Figure 21 :** Histogramme montrant la variation de la masse volumique en fonction d'aspect des noyaux [auteur]

#### **IV.2.3.4. Interprétation :**

Les valeurs de ces masses volumiques ne sont pas fixes pour tous les noyaux de jujube car elles dépendent de différents paramètres :

Exemple :

- état de dessiccation
- nature des noyaux selon leurs dimensions
- existence des vides comme les vides entre particules au moment de pesage

En plus, elles dépendent aussi de l'aspect des noyaux (entiers, concassés, en poudre).

Les noyaux en poudre ont la masse volumique la plus faible, du fait de son aspect de particules finement broyées. Pour les noyaux entiers, sa masse volumique est inférieure à celle des noyaux concassés, à cause des espaces vides notables pouvant exister dans ou entre les grains.

### **IV.3. DETERMINATION DES MASSES VOLUMIQUES DES DEUX PRINCIPAUX COMPOSES ORGANIQUES UTILISES**

Dans notre expérience, nous choisissons comme matrice le « Polyester insaturé orthophtalique » et comme catalyseur le « Péroxyde de méthylethylcétone ».

Dans le but de mieux connaître ces deux composés organiques, avant d'effectuer les expériences de détermination de leurs masses volumiques, le retour à l'étude bibliographique sur quelques propriétés caractéristiques physico-chimiques est nécessaire.

#### IV.3.1. RAPPEL DES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES ET MECANIQUES DE POLYESTER INSATURE ET DE CATALYSEUR

##### **IV.3.1.1. Polyester insaturé orthophtalique**

###### **a) Quelques performances** (voir annexe 1)

- Haute réactivité
- Facile à façonner
- Bonnes propriétés mécaniques

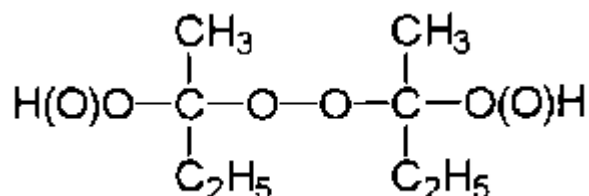
###### **b) Spécification**

- Apparence : turbide
- Couleur : rougeâtre, brunâtre
- Viscosité à 25°C : 450-550 cPas
- Temps de gélification à 25°C : 15 à 20 minutes

###### **c) Propriétés mécaniques**

Les mêmes que celles mentionnées dans l'étude bibliographique pour les polyesters insaturés, vu précédemment.

##### **IV.3.1.2. Péroxyde de méthylethylcétone**



**Figure 22 :** Formule semi-développée  
Péroxyde de méthylethylcétone [auteur]

Le tableau ci-dessous récapitule ses quelques caractéristiques physico-chimiques.

**Tableau 12** : Quelques caractéristiques physico-chimiques du Péroxyde de méthyléthylcétone

| Propriétés                                          | Caractéristiques/valeurs                                                       |
|-----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| Apparence                                           | Liquide incolore                                                               |
| Viscosité à 20°C                                    | Approximativement 13mPas                                                       |
| Solubilité                                          | Insoluble dans l'eau/soluble dans l'ester, dans les résines polyester insaturé |
| Température critique                                | Environ 60°C                                                                   |
| Stabilité en stockage au frais                      | Liquide au-dessous de -25°C                                                    |
| Température de stockage recommandée                 | Au-dessous de 30°C                                                             |
| Stabilité de stockage (depuis la date de livraison) | 6mois                                                                          |

Source : [17]

#### IV.3.2. DETERMINATION DES MASSES VOLUMIQUES

##### IV.3.2.1. Matériels nécessaires

On utilise les mêmes matériels que ceux mentionnés lors de la détermination de la masse volumique des noyaux de jujube.

##### IV.3.2.2. Résultats

En mesurant la masse de la substance à étudier et le volume qu'elle occupe, on a les résultats suivants :

**Tableau 13** : Masses volumiques du Polyester insaturé orthophtalique et du Péroxyde de méthylethylcétone

|                                                              | Polyester insaturé orthophtalique | Péroxyde de méthylethylcétone |
|--------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| Masses m [g]                                                 | 203,47                            | 172,95                        |
| Volume V [cm <sup>3</sup> ]                                  | 169,56                            | 169,56                        |
| Masse volumique<br>$\rho = \frac{m}{V}$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1,2                               | 1,02                          |

Source : [auteur]

## Chapitre V : FABRICATION DE COMPOSITES A BASE DE NOYAUX DE JUJUBE ET DE POLYESTER INSATURE

### V.1. INTRODUCTION

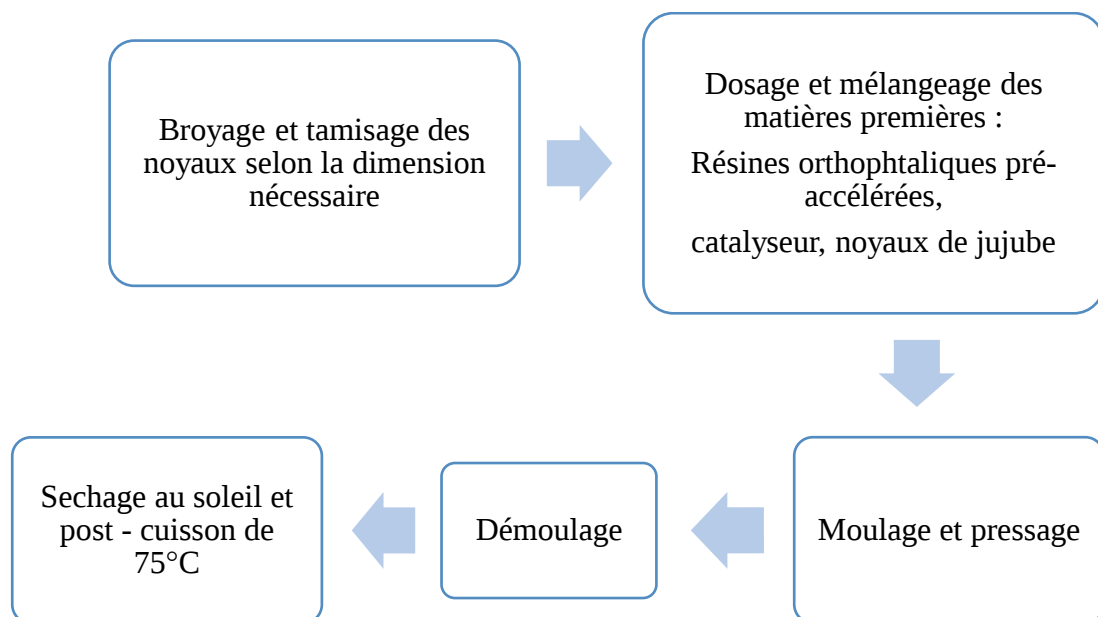
Les techniques de mise en œuvre des matériaux composites renforcés par des fibres naturelles sont des techniques courantes. Mais dans notre expérience, au lieu d'utiliser des fibres naturelles, nous utilisons des particules naturelles constituées par des noyaux de jujube. Pour ce faire, nous allons procéder 3 sortes d'expérience sur 3 catégories différentes selon la dimension et l'aspect des noyaux de jujube : noyaux entiers, noyaux concassés, noyaux broyés en poudre (à diamètre inférieur ou égal à 1mm).

Ces renforts sont directement incorporés à la matrice avant la mise en forme, et les procédés utilisés sont alors très proches de ceux que l'on utilise traditionnellement pour mettre en forme les résines vierges. Leur mise en forme peut avoir lieu par des procédés manuels ou mécanisés.

Parmi les procédés manuels, nous adoptons le moulage au contact des jujubes mélangés avec la résine polyester.

### V.2. PROCESSUS DE FABRICATION

Le protocole de mise en œuvre des noyaux desséchés de jujube composites comprend les phases suivantes :



**Figure 23 :** Processus de fabrication de composites à base de noyaux de jujube et de polyester insaturé [auteur]

## **Matériels utilisés**

Les matériels utilisés lors de notre expérimentation sont :

- une balance de précision ;
- des récipients ;
- une grande spatule ou cuillère pour mélanger les matières premières ;
- un moule de forme cubique d'arête 4cm.

### **V.2.1. BROYAGE ET TAMISAGE DES NOYAUX**

Comme notre expérience nécessite 3 formes de noyaux (entières, concassées, broyées en poudre), nous utilisons :

-un pilon pour obtenir le 2ème aspect : les noyaux de jujube sont préparés par simple broyage jusqu'à ce que des fragments de particules apparaissent en une quantité moyennement importante.

-un pilon et un tamis pour le 3ème aspect : le tamisage consiste à obtenir une granulométrie adéquate pour le noyau de jujube. Lors de nos expérimentations, nous avons fait passer le noyau de jujube au tamis dont la maille est inférieure à 1mm.



**Photo 19 :** Noyau de jujube entier, concassé et broyé en poudre [auteur]

### V.2.2. DOSAGE ET MELANGEAGE DES MATIERES PREMIERES : RESINES ORTHOPHTALIQUES PRE-ACCELEREES, CATALYSEUR, NOYAUX DE JUJUBE

Cette opération consiste à définir les quantités respectives de chaque matière première. Les matières premières sont pesées à l'aide de la balance de précision, suivant les proportions définies pour chaque composition puis on les mélange soigneusement jusqu'à l'obtention d'un ensemble homogène.

#### **Formulations étudiées**

Pour avoir une masse 100g de composite, le tableau ci-dessous illustre les masses respectives des différents constituants selon trois proportions différentes.

**Tableau 14 :** Formulations des matières premières en pourcentage massique

| Ratio<br>(Noyau de jujube/UP) | Formulation [%]  |                    |            |
|-------------------------------|------------------|--------------------|------------|
|                               | Noyaux de jujube | Polyester insaturé | Catalyseur |
| 40/60                         | 40               | 60                 | 1,2        |
| 60/40                         | 60               | 40                 |            |
| 80/20                         | 80               | 20                 |            |

Source: [auteur]

\*UP: Unsatured polyester

### V.2.3. MOULAGE ET PRESSAGE

Le moulage est un procédé de mise en forme d'un produit.

#### **a) Préparation de la surface du moule**

Tout d'abord, nous enduisons de la graisse (agent de démoulage) sur la face intérieure du moule pour faciliter le démoulage.

#### **b) Application du gelcoat**

Il est important de remarquer que le gelcoat doit avoir un IT (indice de thixotropie, caractérisant la viscosité) suffisamment élevé (supérieur à 5) pour éviter les coulures sur le moule.

Le gelcoat est appliqué au pinceau et il faut attendre sa gélification avant de procéder à la réalisation de « pêle-mêle ».

### c) Préparation de la résine

On mélange de façon homogène les résines polyesters insaturés et les peroxydes de méthyléthylcétone bien dosés.

### d) Réalisation du « pêle-mêle »

Sur le gelcoat, le mélange de résines et de noyaux de jujube est introduit dans le moule et est soumis à une certaine pression de compactage manuel pendant un certain temps (environ 10 minutes).

#### V.2.4. DEMOULAGE

Cette étape consiste à retirer l'échantillon du moule après 10 minutes de temps de prise, une fois le mélange solidifié.

Ce phénomène de solidification va dépendre de la cinétique de réticulation de la résine, donc de la température ambiante du milieu de travail et de la quantité du catalyseur c'est-à-dire, le temps de gel sur l'application peut être ajusté en augmentant ou en diminuant le dosage du catalyseur, qui ne doit pas dépasser 2% et non en dessous de 0,8%. [8]

#### V.2.5. POLYMERISATION

Après la sortie du moule, les échantillons vont être séchés à l'air libre pendant quelques jours pour obtenir une bonne prise entre le noyau de jujube et la résine polyester.

- 3 jours de séchage suffisent pour les composites à noyaux entiers et concassés.
- 20 jours minimum pour les composites à noyaux en poudre. Ceci est évident car ces composites sont compacts, ce qui rend difficile la gélification. Contrairement aux 2 premiers cas qui ont beaucoup d'espace rempli de résine.

Pour accélérer le temps de polymérisation, on peut utiliser une étuve post-cuisson à 75°C pendant environ 48h.

C'est ce que nous avons fait en utilisant l'étuve du laboratoire de l'Ecole Supérieure Polytechnique de Vontovorona.

#### V.2.6. OPERATIONS DE FINITION

Pour finir l'opération, on procède à l'ébarbage en coupant ceux qui débordent du moule. Et, on peut ensuite poncer au papier abrasif.

### V.3. RESULTATS

D'après les expériences précédentes, on a pu obtenir les résultats ci-après :

#### V.3.1. POUR LES NOYAUX ENTIERS ET CONCASSES

**1<sup>er</sup> cas :** Pour la proportion 80% de noyau et 20% de polyester, les noyaux se collent à cause de la viscosité de ce dernier.



**Photo 20 :** Aspect des composites à 80% de noyaux entiers et concassés avec 20% de polyester [auteur]

**Interprétation :** Le polyester insaturé joue le rôle de colle qui sert seulement à unir les particules de jujube mises en jeu.

**2<sup>e</sup> cas :** Pour la proportion 60% de noyaux et 40% de polyester, ce dernier ne suffit pas à recouvrir le noyau ; d'où on n'obtient pas un mélange homogène.



**Photo 21 :** Aspect des composites à 60% de noyaux entiers et concassés avec 40% de polyester [auteur]

**Interprétation :** La densité de la résine est supérieure à celle du jujube. En plus, le polyester est un liquide, donc il a tendance à couler au fond du récipient. Comme il constitue seulement les 40% du mélange, cette quantité ne suffit pas pour submerger les noyaux de jujube. D'où,

seule la partie inférieure du composite est baignée dans la résine et l'autre partie supérieure ne l'est pas mais identique au 1<sup>er</sup> cas.

Cette combinaison de forme est bonne pour la décoration.

**3<sup>e</sup> cas :** Pour la proportion 40% de noyau et 60% de polyester. Ce dernier arrive parfaitement à recouvrir les noyaux.



**Photo 22 :** Aspect des composites à 40% de noyaux entiers et concassés avec 60% de polyester [auteur]

**Interprétation** : C'est la bonne proportion car tous les noyaux se trouvent submergés dans la résine. La quantité du polyester versée est suffisante.

#### V.3.2. POUR LE NOYAU EN POUDRE

- Le noyau en poudre ne pose aucun problème similaire.



**Photo 23 :** Aspect des composites à 80%, 60%, 40%, de noyaux en poudre [auteur]

**Interprétation** : Comme le noyau en poudre ne présente que très peu d'espaces vides, la quantité du polyester insaturé utilisée (40%, 60%, 80%) est suffisante pour enrober toutes les petites particules. Seuls les aspects obtenus sont différents selon la proportion utilisée.

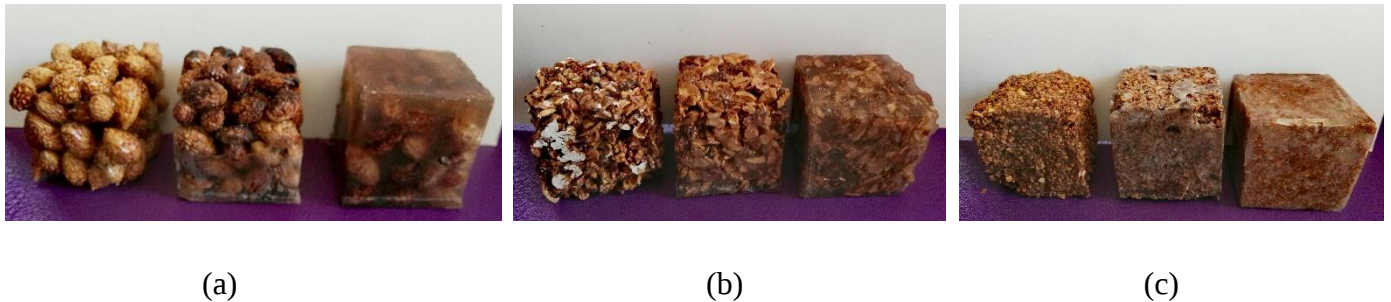
## Chapitre VI : CARACTERISTIQUES DES COMPOSITES A BASE DE NOYAUX DE JUJUBE ET DE RESINE POLYESTER

### VI.1. PROPRIETES PHYSIQUES DU COMPOSITE

Les propriétés physiques du composite noyau de jujube – résine polyester que nous allons étudier sont : sa couleur et sa masse volumique

#### VI.1.1. LA COULEUR

On remarque que même si on varie la quantité du renfort (80%, 60%, 40%), il n'y a aucun changement notable de couleur du matériau composite. Mais plus la quantité de résine est élevée, plus la couleur est luisante.



**Photo 24 :** Variation de la couleur des composites noyau de jujube – polyester a) entiers, b) concassés, c) broyés en poudre [auteur]

#### VI.1.2. LA MASSE VOLUMIQUE APPARENTE

On peut la déterminer après quelques jours de prise à l'air libre selon la condition météorologique.

##### a) Formule appliquée

La masse volumique est donnée par la formule :  $\rho = M/V$

Avec :

$\rho$  : masse volumique [ $\text{g/cm}^3$ ]

M : la masse de l'échantillon [g]

V : le volume de l'échantillon [ $\text{cm}^3$ ]

On a pris des échantillons façonnés sous forme cylindrique de diamètre  $D=6$  [cm] et de hauteur  $h=6$  [cm].

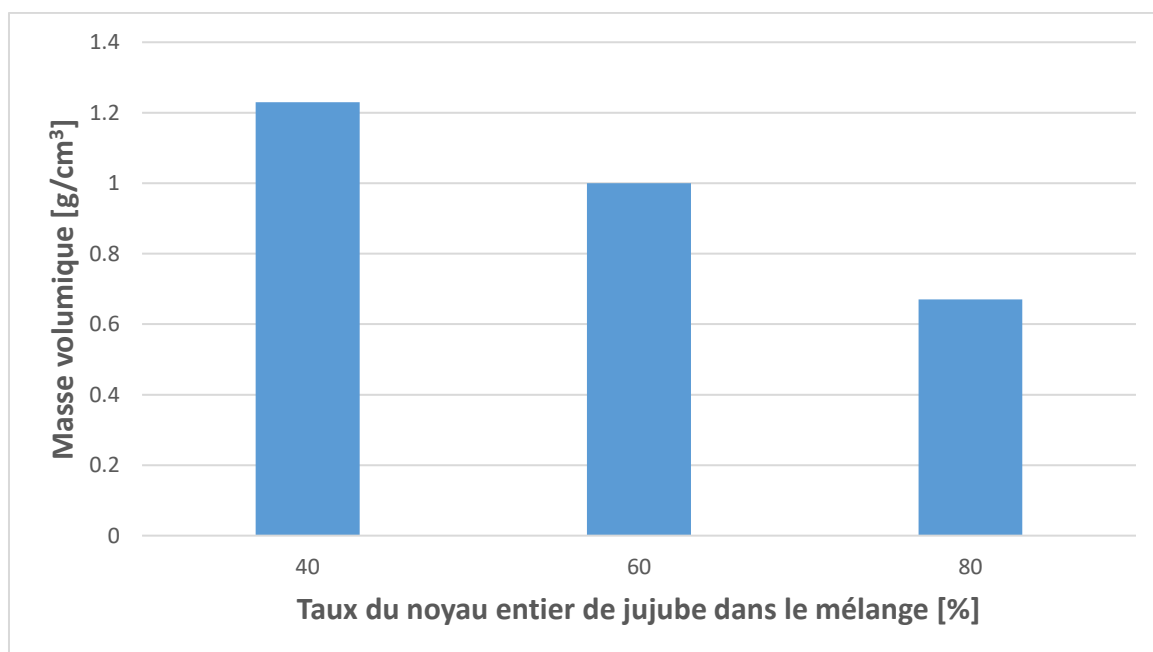
## b) Résultats

Les résultats des mesures sont indiqués successivement dans les tableaux et figures ci-après, selon les formes (entières, concassées, broyées en poudre) des noyaux de jujube.

**Tableau 15 :** Masse volumique apparente du composite **noyau entier** de jujube - polyester suivant les proportions utilisées

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Masse de<br>l'échantillon [g] | Volume de<br>l'échantillon [cm <sup>3</sup> ] | Masse volumique<br>apparente [g/cm <sup>3</sup> ] |
|------------------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| 40/60                                    | 209,24                        | 169,56                                        | 1,23                                              |
| 60/40                                    | 169,56                        |                                               | 1                                                 |
| 80/20                                    | 113,77                        |                                               | 0,67                                              |

Source : [auteur]

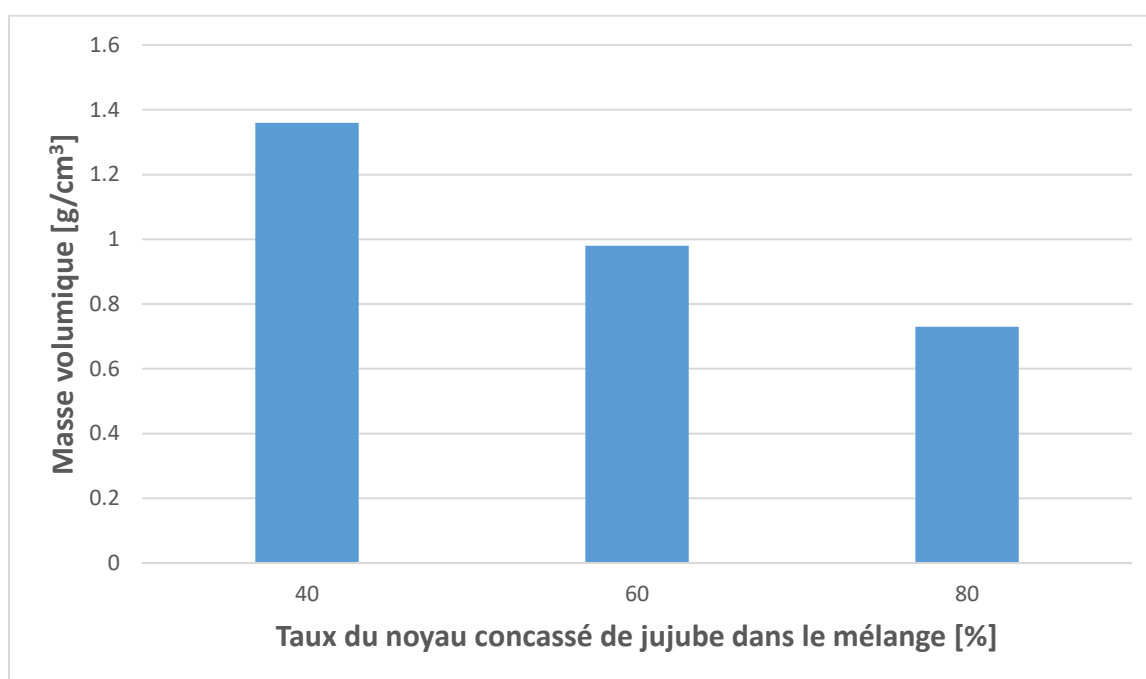


**Figure 24 :** Histogramme montrant la variation de la masse volumique apparente du **composite noyau entier de jujube - polyester** en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange. [auteur]

**Tableau 16** : Masse volumique apparente du composite **noyau concassé** de jujube - polyester suivant les proportions utilisées

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Masse de<br>l'échantillon [g] | Volume de<br>l'échantillon [cm <sup>3</sup> ] | Masse volumique<br>apparente [g/cm <sup>3</sup> ] |
|------------------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| 40/60                                    | 230,60                        | 169,56                                        | 1,36                                              |
| 60/40                                    | 166,17                        |                                               | 0,98                                              |
| 80/20                                    | 127,17                        |                                               | 0,75                                              |

Source : [auteur]

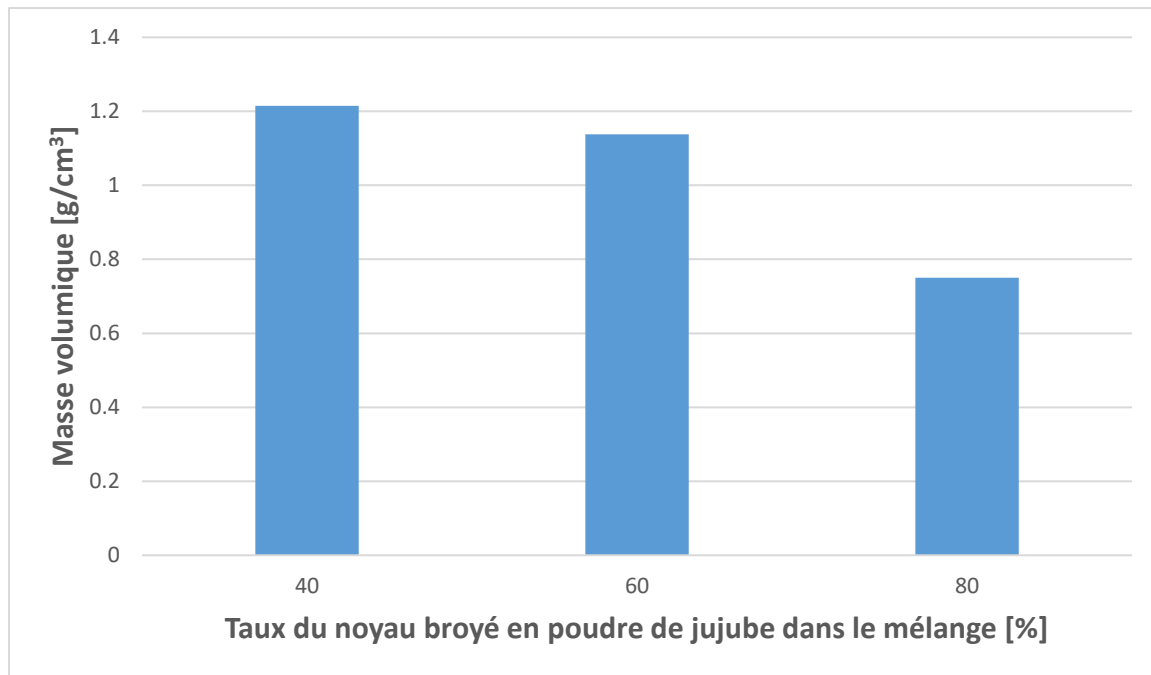


**Figure 25** : Histogramme montrant la variation de la masse volumique apparente du composite **noyau concassé de jujube - polyester** en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange. [auteur]

**Tableau 17** : Masse volumique apparente du composite **noyau en poudre de jujube - polyester** suivant les proportions utilisées

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Masse de<br>l'échantillon [g] | Volume de<br>l'échantillon [cm <sup>3</sup> ] | Masse volumique<br>apparente [g/cm <sup>3</sup> ] |
|------------------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| 40/60                                    | 206,01                        | 169,56                                        | 1,215                                             |
| 60/40                                    | 193                           |                                               | 1,138                                             |
| 80/20                                    | 123,78                        |                                               | 0,730                                             |

Source : [auteur]



**Figure 26 :** Histogramme montrant la variation de la masse volumique apparente du composite **noyau en poudre de jujube - polyester** en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange. [auteur]

### Interprétation

Les 3 histogrammes nous montrent que la valeur de la masse volumique apparente du composite diminue lorsque le taux de noyau de jujube dans le mélange augmente :

- Noyau entier : elle est de 1,23 [g/cm<sup>3</sup>] pour le taux 40% du noyau et elle diminue jusqu'à 0,67 [g/cm<sup>3</sup>] pour 80 %.
- Noyau concassé : elle est de 1,36 [g/cm<sup>3</sup>] pour le taux 40% du noyau et elle diminue jusqu'à 0,75 [g/cm<sup>3</sup>] pour 80 %.
- Noyau en poudre : elle est de 1,215 [g/cm<sup>3</sup>] pour le taux 40% du noyau et elle diminue jusqu'à 0,73 [g/cm<sup>3</sup>] pour 80 %.

Ces résultats sont très logiques puisque le noyau de jujube est moins dense que le polyester, ce qui rend le matériau composite plus léger lorsque le noyau de jujube domine dans la composition.

Le mélange à forte teneur en noyau de jujube aussi peut présenter une plus grande porosité à cause de la texture de ce composant. En outre, la valeur maximale de la masse volumique apparente 1,36g/cm<sup>3</sup> vue dans le cas du noyau concassé, formulation 40/60, est très

inférieure aux masses volumiques apparente des matériaux usuels comme le fer ( $7,86\text{g/cm}^3$ ) ou l'acier (comprise entre  $7,5$  à  $8,1\text{g/cm}^3$ ) ou encore le céramique (comprise entre  $2,5$  à  $6\text{g/cm}^3$ ).

## VI.2. PROPRIETES MECANQUES DU COMPOSITE (COMPRESSION, FLEXION)

La détermination de ces deux propriétés mécaniques a été effectuée au bloc technique de l'ESPA Vontovorona sise à Ankatso, à l'aide d'une machine d'essai universelle «TESTWELL».

Dans ces essais, réalisés à l'état sec, les échantillons d'aspects et proportions (noyau de jujube/UP) différents sont de forme cylindrique de diamètre  $D$  et de hauteur  $h$ .

Mais en considérant le cas des noyaux de jujube entiers et concassés dans la proportion 60/40, dont on observe la combinaison de deux formes pour la partie inférieure et supérieure (voir photo 21), les essais sur la compression et la flexion sont irréalisables.



**Photo 25 :** Machine « TESTWELL »

[auteur]

### VI.2.1. RESISTANCE A LA COMPRESSION

L'essai est effectué afin de déterminer la valeur de la contrainte de rupture à la compression.

#### a) Principe

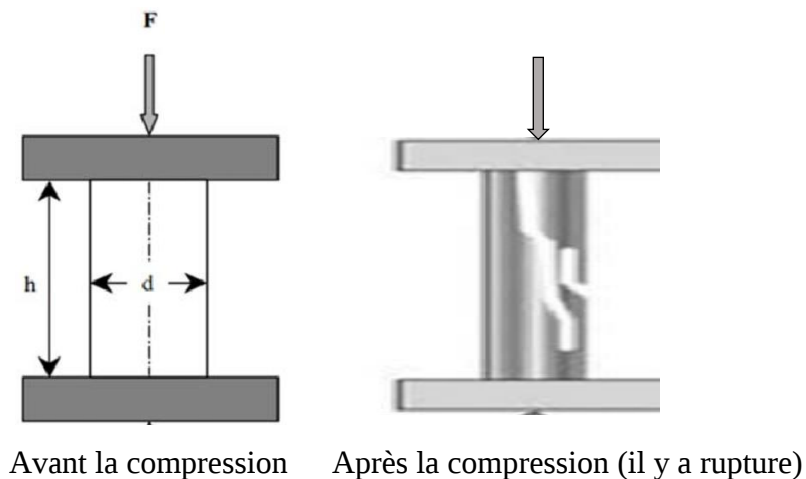
Le principe consiste à positionner les échantillons entre les deux plateaux d'une presse, puis les soumettre à une charge progressive jusqu'à la rupture par compression.

Dans notre cas, nous avons utilisé la méthode « destruction de l'échantillon ».



**Photo 26** : Partie de la machine « Testwell » pour l'essai de compression

[auteur]



**Figure 27** : Principe de l'essai de compression [15]

La  $R_c$  se calcule selon la formule suivante :

$$R_c = \frac{F}{S}$$

avec :

- $R_c$  : Résistance à la compression [MPa]
- $F$  : Charge maximale [N]
- $S$  : Surface en contact avec le plateau supérieur (où s'exerce la charge) [mm<sup>2</sup>]

La charge maximale  $F$  inc

Comme nos échantillons sont de forme cylindrique, de diamètre  $D=60\text{mm}$  et de hauteur  $h=60\text{mm}$ .

$$\text{On a } S = \frac{\pi D^2}{4} \quad \text{d'où} \quad R_c = \frac{4F}{\pi D^2}$$

### b) Résultats

Les résultats de l'expérience sont récapitulés dans le tableau suivant :

**Tableau 18 :** Valeurs des charges maximales suivant les proportions utilisées

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Charges maximales [N] |          |           |
|------------------------------------------|-----------------------|----------|-----------|
|                                          | Entier                | Concassé | En poudre |
| 40/60                                    | 107.200               | 120.000  | 96.200    |
| 60/40                                    | -                     | -        | 12.000    |
| 80/20                                    | 3.600                 | 5.600    | 2.530     |

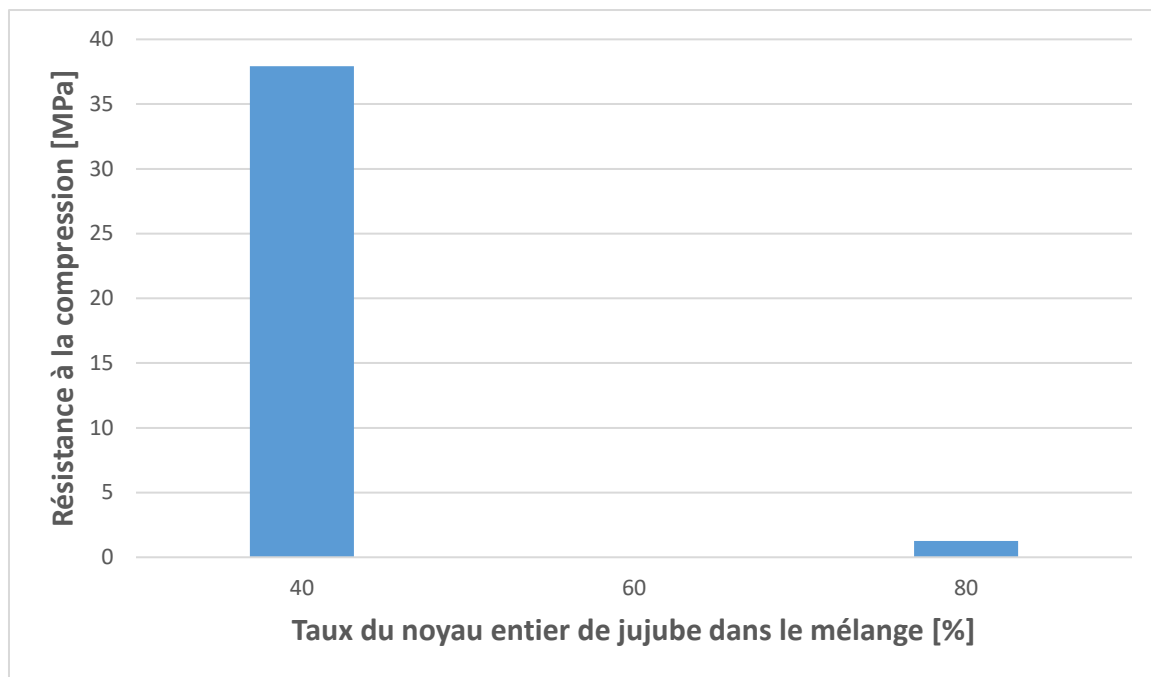
Source : [auteur]

D'après ces valeurs des charges maximales, en utilisant la formule vue précédemment, les résultats de calcul de la résistance à la compression  $R_c$  sont indiqués successivement dans le tableau et les figures ci-après :

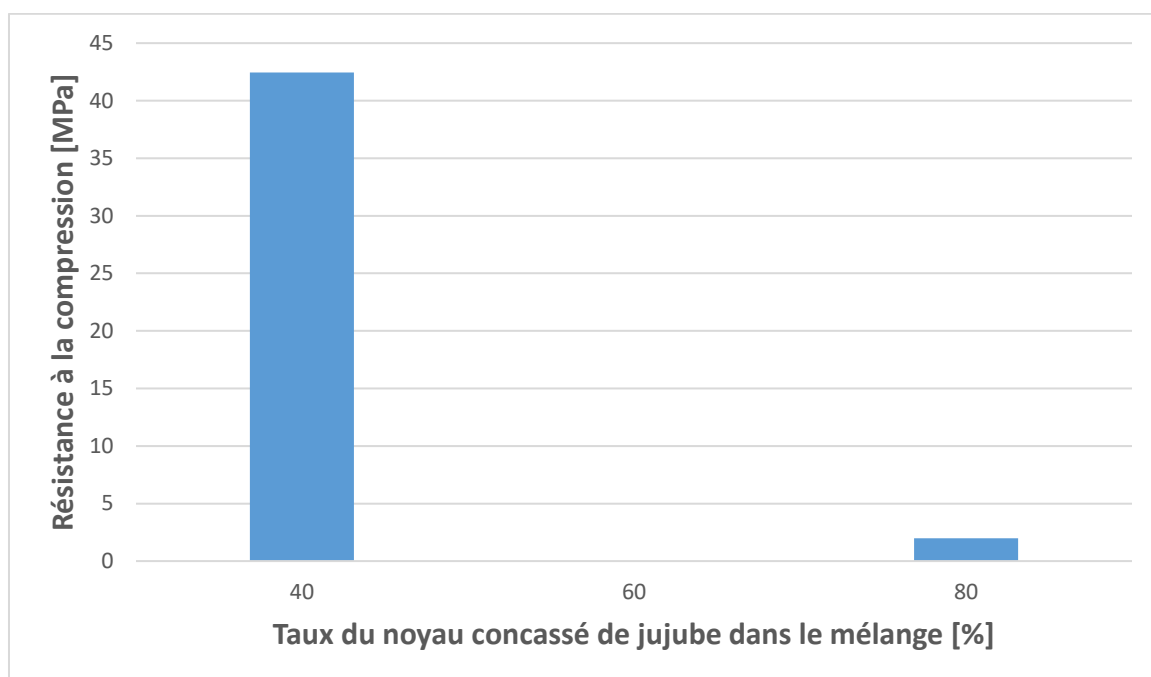
**Tableau 19 :** Valeurs des résistances à la compression suivant les proportions utilisées

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Résistances à la compression [MPa] |          |           |
|------------------------------------------|------------------------------------|----------|-----------|
|                                          | Entier                             | Concassé | En poudre |
| 40/60                                    | 37,933                             | 42,462   | 34,041    |
| 60/40                                    | -                                  | -        | 4,246     |
| 80/20                                    | 1,274                              | 1,982    | 0,895     |

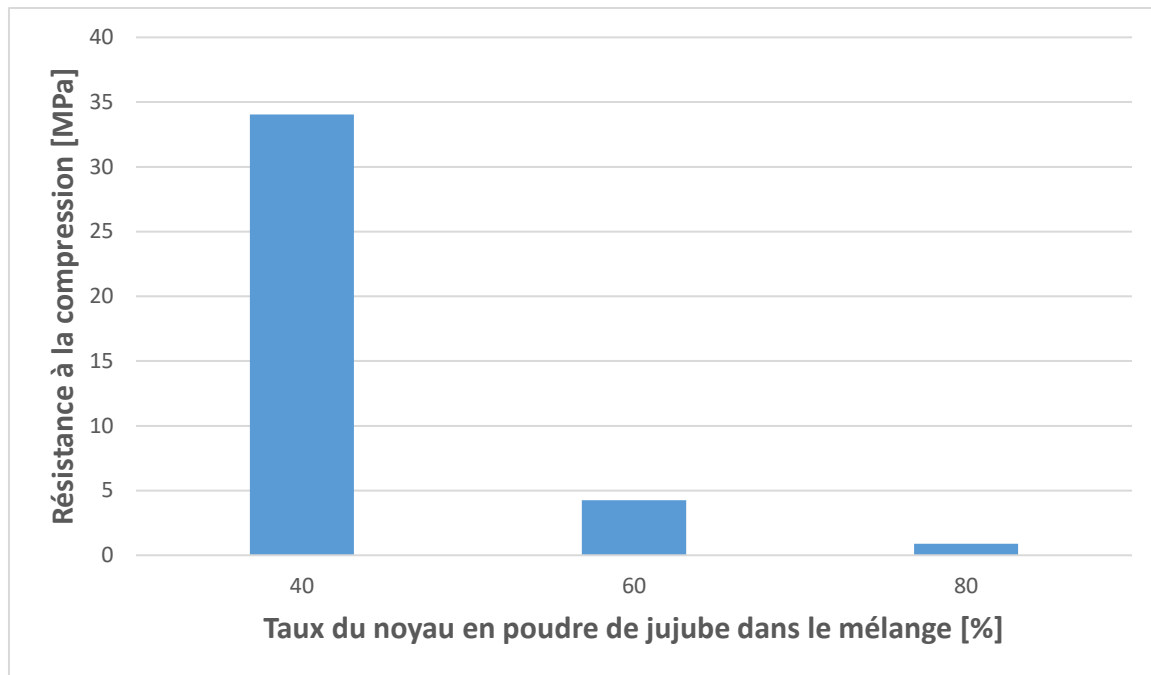
Source : [auteur]



**Figure 28 :** Histogramme de la résistance à la compression du composite **noyau entier** de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]



**Figure 29 :** Histogramme de la résistance à la compression du composite **noyau concassé** de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]



**Figure 30 :** Histogramme de la résistance à la compression du composite noyau en poudre de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]

**c) Interprétations :**

- Les 3 valeurs assez élevées de la résistance à la compression à 40% de noyau de jujube dans la composition, confère au matériau une bonne résistance à la compression.
- Au fur et à mesure que le taux de noyaux de jujube dans le mélange augmente, on constate que la résistance à la compression diminue. Mais on remarque que sa valeur est toujours maximale dans le cas du noyau concassé, quelque soit la proportion. Ce qui signifie que si on veut obtenir un composite qui résiste bien à la compression, mieux vaut utiliser les jujubes concassés. Ceci a pour cause de la faible densité de l'espace vide occupée par la résine seule et la solidité du renfort.
- Remarquons aussi que pour le polyester, la résistance à la compression, selon les types, se situe entre 800 et 2 500 [N/cm<sup>2</sup>] soit 8 à 25 [MPa] ; alors que pour nos composites 40/60, elle est de 37,933[MPa] pour le noyau entier, 42,462[MPa] pour le noyau concassé et 34,041[MPa] pour le noyau en poudre. Ce qui confirme que nos composites 40/60 ont une performance supérieure du point de vu « essai de compression » à celui des composants pris séparément, contrairement aux composites 60/40 et 80/20, qui ont des valeurs de résistance très inférieures à la limite (8 [MPa]).

## VI.2.2. RESISTANCE A LA FLEXION

### a) Principe

L'essai est effectué afin de déterminer la valeur de la contrainte de rupture à la flexion. Le principe est basé sur la théorie élastique des échantillons étudiés, disposant horizontalement sur deux appuis distants de 50mm. Une tige métallique en forme de flèche exerce une pression verticale de haut en bas, au milieu de l'échantillon en lui donnant une forme courbe, jusqu'à la rupture par flexion.



**Photo 27** : Partie de la machine « Testwell » pour l'essai de flexion [auteur]



**Figure 31** : Principe de l'essai de flexion [15]

Dans nos essais, les échantillons sont aussi de forme cylindrique de diamètre 30mm et de longueur 100mm.

La machine « Testwell » que nous utilisons nous permet de déterminer les valeurs des charges à la rupture  $F$  et des flèches  $y_{\max}$  (profondeur maximale du sommet de la courbe) juste avant la rupture.

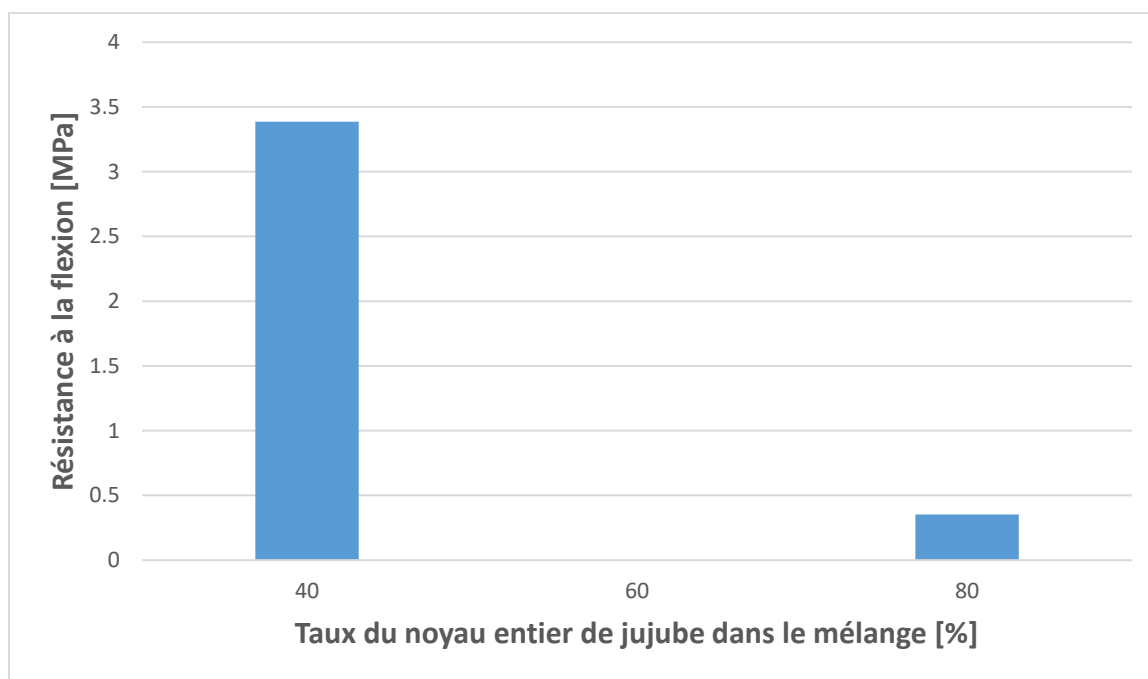
## b) Résultats

Le tableau ci-dessous regroupe les valeurs des résistances à la flexion.

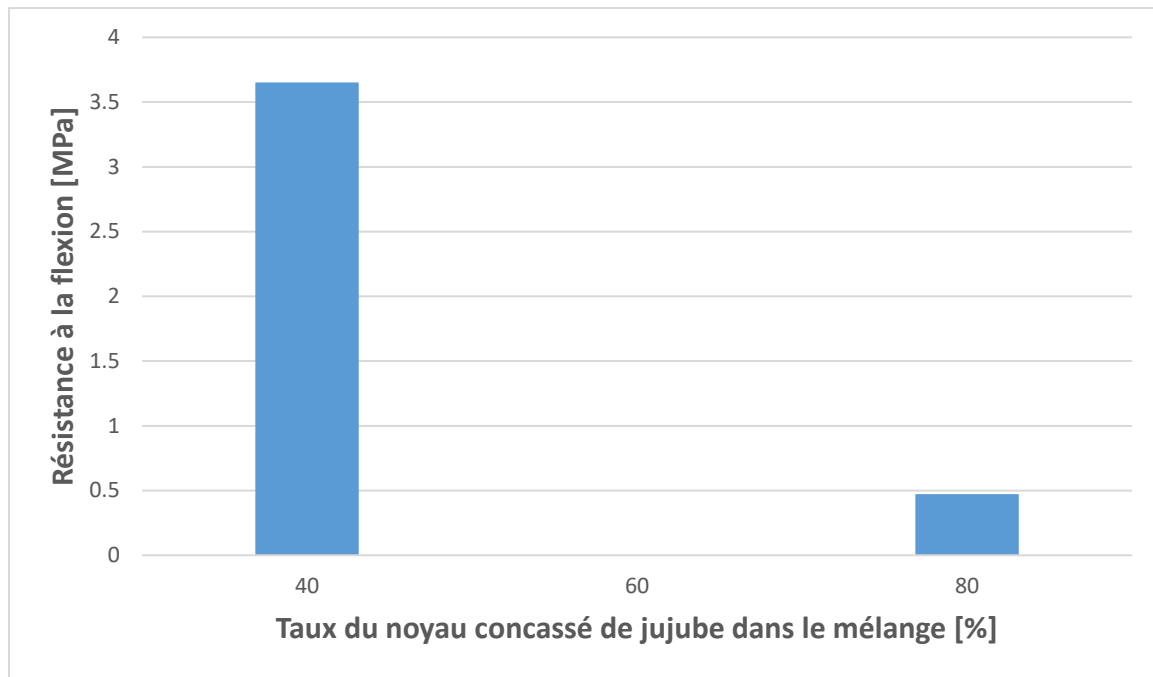
**Tableau 20** : Valeurs des résistances à la flexion suivant les proportions utilisées

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Résistances à la flexion [MPa] |          |        |
|------------------------------------------|--------------------------------|----------|--------|
|                                          | Entier                         | Concassé | Poudre |
| 40/60                                    | 3,387                          | 3,651    | 3,151  |
| 60/40                                    | -                              | -        | 0,787  |
| 80/20                                    | 0,353                          | 0,473    | 0,279  |

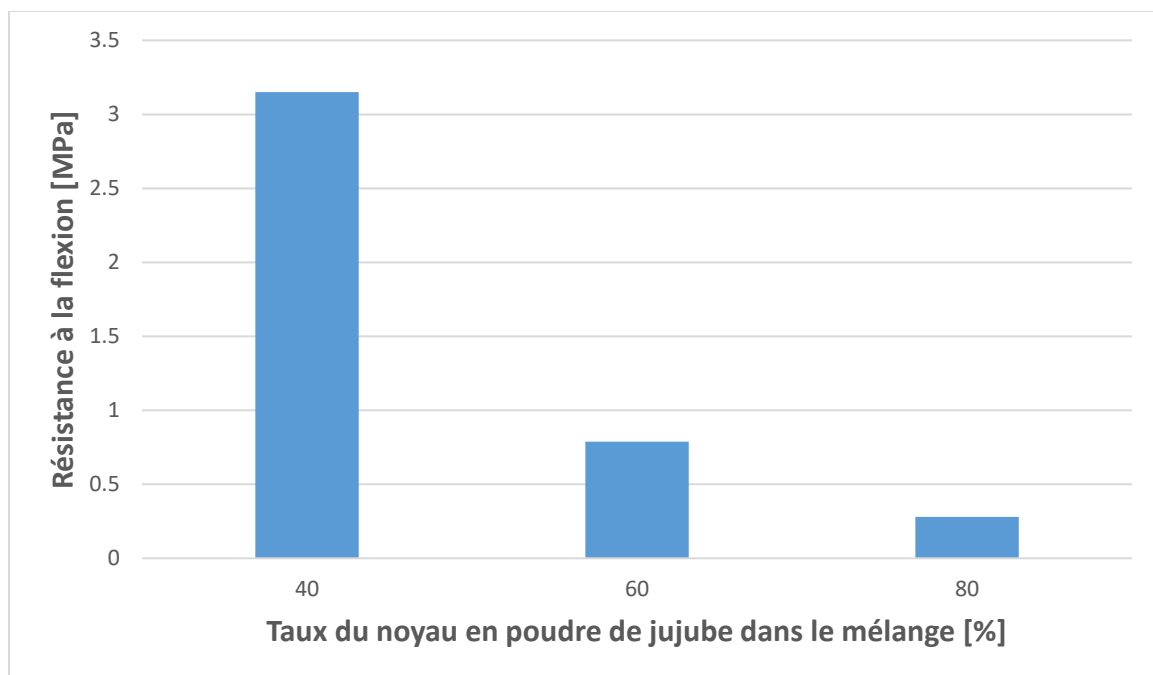
Source : [auteur]



**Figure 32** : Histogramme de la résistance à la flexion du composite **noyau entier** de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]



**Figure 33 :** Histogramme de la résistance à la flexion du composite **noyau concassé** de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]



**Figure 34 :** Histogramme de la résistance à la flexion du composite **noyau en poudre** de jujube-polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]

**c) Interprétation :**

- Comme dans le cas précédent, les 3 valeurs assez élevées à 40% de noyau de jujube dans la composition surtout pour le noyau concassé, confèrent au matériau des aptitudes à résister à la flexion.
- Au fur et à mesure que le taux de noyaux de jujube dans le mélange a augmenté, la résistance à la flexion diminue.
- Remarquons aussi que pour le polyester, la résistance à la flexion, selon les types, peut varier de 40 à 170 [N/cm<sup>2</sup>] soit 0,4 à 1,70 [MPa] ; alors que pour nos composites 40/60, elle est de 3,387[MPa] pour le noyau entier, 3,651[MPa] pour le noyau concassé et 3,151[MPa] pour le noyau en poudre. Ce qui confirme aussi que nos composites 40/60 résistent bien à la flexion en comparaison aux composants pris séparément, contrairement aux composites 60/40 et 80/40, qui ont des valeurs de résistance inférieures à la limite acceptable 1,70 [MPa].

Ces propriétés découlant des résultats de calcul de la résistance à la flexion, ont été prouvées par l'essai que nous avons effectué au bloc technique Ankatso.

### **VI.3. RESISTANCE A L'HUMIDITE**

**a) Principe**

Le test de résistance à l'humidité consiste à déterminer la capacité du matériau à absorber du liquide. Le principe c'est :

- mesurer la masse initiale  $M_1$  de l'échantillon [g]
- immerger l'échantillon dans l'eau pendant 24 heures
- mesurer la masse  $M_2$  de l'échantillon après immersion [g]

Le taux d'humidité TH [%] se calcule selon la formule suivante :

$$TH = \frac{M_2 - M_1}{M_1} * 100$$

Remarques :

- Nos échantillons sont de forme cubique, d'arête  $a=30\text{mm}$
- Comme dans le cas des propriétés mécaniques, on ne tient pas compte aussi l'essai sur les noyaux de jujube entier et concassé dans la proportion 60/40.



**Photo 28** : Test d'humidité [auteur]

## b) Résultats

Les résultats obtenus sont présentés sur les tableaux et figures ci-après en fonction de l'aspect et du taux de noyau dans le mélange.

**Tableau 21** : Masses des échantillons avant l'immersion

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Masse [g] |          |           |
|------------------------------------------|-----------|----------|-----------|
|                                          | Entier    | Concassé | En poudre |
| 40/60                                    | 79,01     | 87,27    | 80,05     |
| 60/40                                    | -         | -        | 76,28     |
| 80/20                                    | 43,12     | 47,03    | 47,09     |

Source : [auteur]

**Tableau 22**: Masses des échantillons après l'immersion

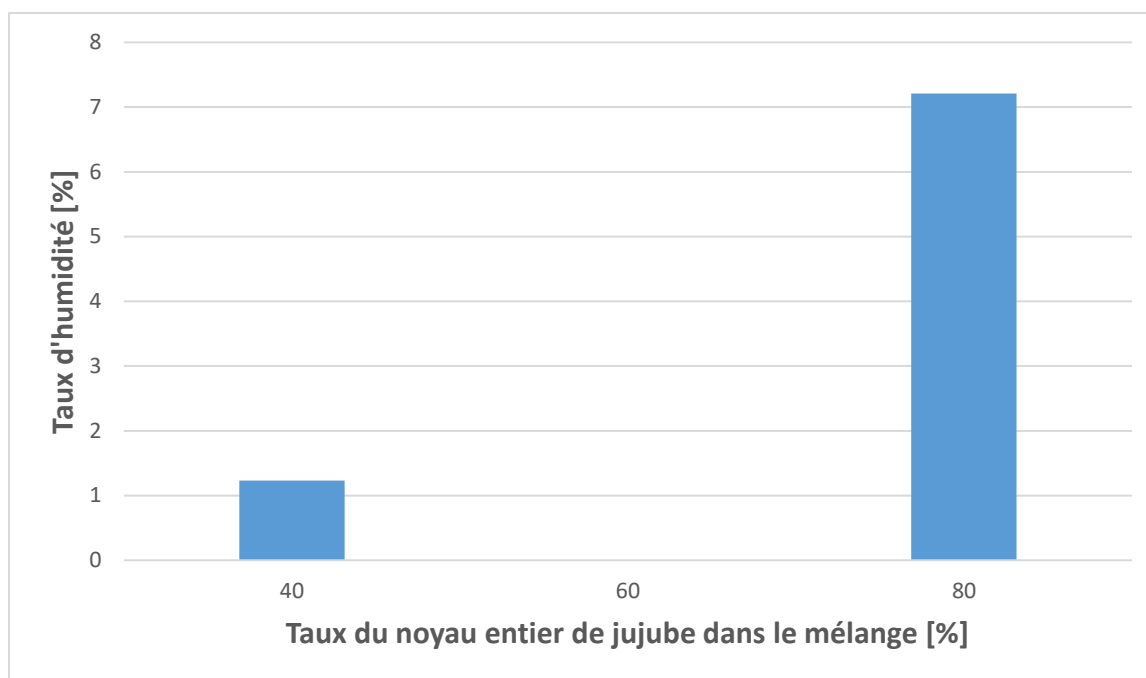
| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Masse [g] |          |           |
|------------------------------------------|-----------|----------|-----------|
|                                          | Entier    | Concassé | En poudre |
| 40/60                                    | 79,90     | 88,33    | 81,01     |
| 60/40                                    | -         | -        | 82,03     |
| 80/20                                    | 46,23     | 55,07    | 71,85     |

Source : [auteur]

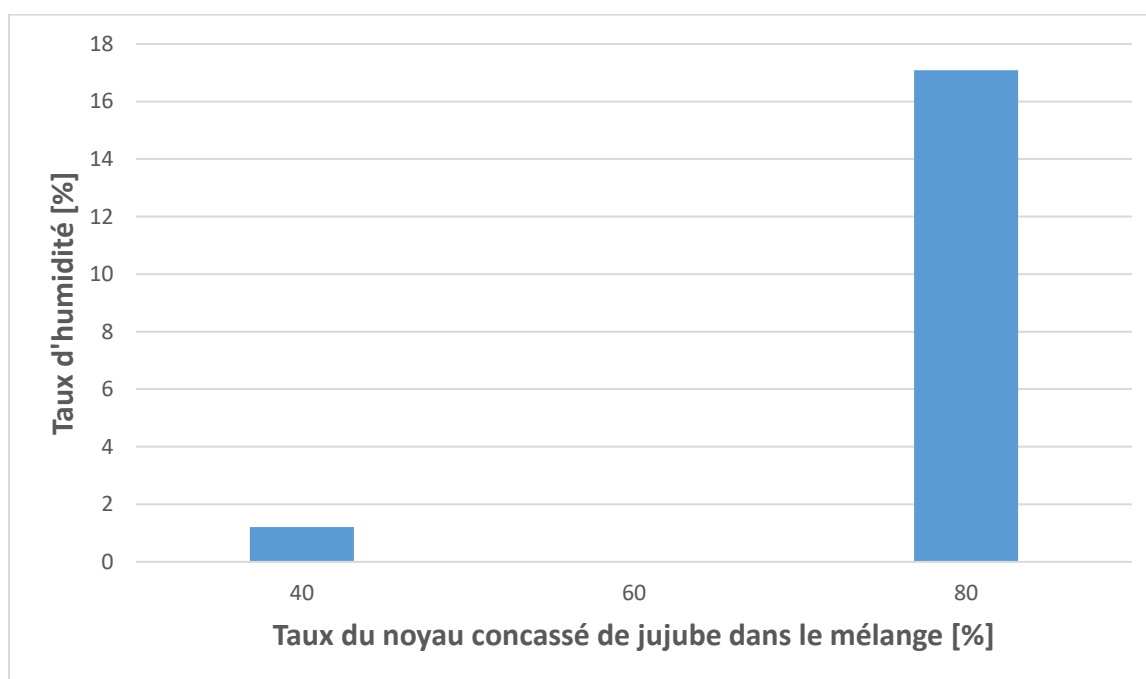
**Tableau 23**: Taux d'humidité

| Formulation [%]<br>(Noyaux de jujube/UP) | Taux d'humidité [%] |          |           |
|------------------------------------------|---------------------|----------|-----------|
|                                          | Entier              | Concassé | En poudre |
| 40/60                                    | 1,23                | 1,21     | 1,20      |
| 60/40                                    | -                   | -        | 7,54      |
| 80/20                                    | 7,21                | 17,09    | 52,58     |

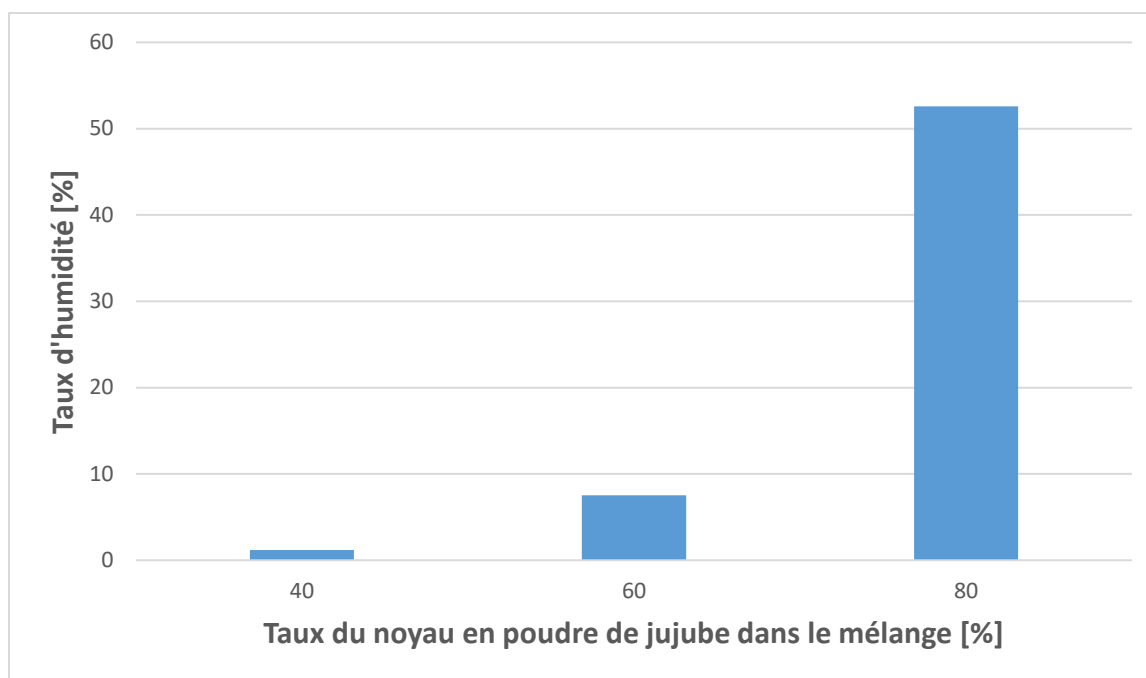
Source : [auteur]



**Figure 35 :** Histogramme montrant l'évolution du taux d'humidité du composite **noyau entier** de jujube - polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]



**Figure 36 :** Histogramme montrant l'évolution du taux d'humidité du composite **noyau concassé** de jujube - polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]



**Figure 37 :** Histogramme montrant l'évolution du taux d'humidité du composite **noyau en poudre** de jujube - polyester en fonction du taux de noyau de jujube dans le mélange [auteur]

**c) Interprétation :**

- Dans les 3 cas, le taux d'humidité du composite noyau de jujube – polyester augmente lorsque le taux de noyau de jujube dans le mélange augmente.
- Dans nos résultats,
  - ✓ pour un taux de 40/60 de :
    - noyau entier de jujube, il n'est que de 1,23 %
    - noyau concassé de jujube, il n'est que de 1,21 %
    - noyau en poudre de jujube, il n'est que de 1,20 %

Quand le taux du polyester domine dans le composite, le taux d'humidité peut être considéré comme négligeable. Ce qui confirme la résistance à l'humidité du polyester insaturé orthophtalique.

- ✓ pour un taux de 80/20 de :
  - noyau entier de jujube, il augmente à 7,21 %.
  - noyau concassé de jujube, il augmente à 17,09 %.
  - noyau en poudre de jujube, il augmente jusqu'à 52,58 %.

Ces résultats sont très logiques puisque la porosité du composite augmente avec le taux de noyau de jujube. En plus, les propriétés d'humidité de noyaux de jujube entrent en jeu aussi.

En conséquence, la valeur du taux d'humidité de nos composites varie selon les paramètres existants.

#### VI.4. ESSAIS D'USINABILITE ET D'OUVRABILITE

Pour connaître les différentes possibilités d'utilisations de nos composites, il est indispensable d'évaluer le comportement au clou, à la vis, à la scie et au feu, les essais d'enductions (vernissage, peinture), et les essais de compatibilité avec le mortier.

Pour cela, nous adoptons les critères d'évaluations suivants :

++ : Très bon comportement

+ : Bon comportement

± : Assez bon comportement

– : Comportement médiocre

| Comportement                                | Formulation |          |           |           |        |          |           |
|---------------------------------------------|-------------|----------|-----------|-----------|--------|----------|-----------|
|                                             | 40/60       |          |           | 60/40     | 80/20  |          |           |
|                                             | Entier      | Concassé | En poudre | En poudre | Entier | Concassé | En poudre |
| <b>Au clou</b>                              | –           | –        | ++        | ++        | –      | –        | –         |
| <b>A la vis</b>                             | –           | ±        | ++        | ++        | –      | –        | –         |
| <b>A la scie</b>                            | ±           | +        | ++        | ++        | –      | –        | –         |
| <b>Au feu (résistance à l'inflammation)</b> | –           | –        | –         | –         | ±      | ±        | ±         |
| <b>Vernissage et peinture</b>               | ++          | ++       | ++        | ++        | ++     | ++       | ++        |
| <b>Compatibilité avec le mortier</b>        | –           | –        | –         | –         | +      | +        | +         |

Face à ces propriétés, l'utilisateur doit prendre des précautions selon les formes (entières, concassées, broyées en poudre) et les pourcentages massiques des noyaux de jujube dans le composite.

## Chapitre VII. APPROCHE SUR LES IMPACTS SOCIO-ECONOMIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX

### VII.1. UTILISATIONS DES COMPOSITES A BASE DE POLYESTER INSATURE ET DE NOYAUX DE JUJUBE

Au vu de leurs propriétés, les matériaux composites noyau de jujube-polyester 40/60 peuvent s'adapter dans des différents milieux et à tout climat. Selon le choix et l'objectif de l'utilisateur, ils peuvent trouver de nombreuses applications.

A titre d'exemples, ils peuvent être utilisés comme :

- des revêtements de sols
- des meubles : tables, placards,... (de préférence les noyaux en poudre)
- des revêtements muraux
- des plafonds
- des décorations (de préférence les noyaux entiers et concassé)
- des tours d'arbres : les horticulteurs et pépiniéristes pourront bénéficier d'un produit permettant de limiter la prolifération des mauvaises herbes dans les pots de culture, sans utiliser d'herbicides
- et toute autre application générale des matériaux composites.

Comme pour tout composite à base de produits naturels, la réalisation de ces matériaux ne peut s'envisager industriellement que par la création d'une filière structurée complète à partir du cultivateur ou des ramasseurs des graines. La variabilité des matières premières nécessite en effet une maîtrise de leur production et transformation, dont dépend la qualité du produit fini.

### VII.2. EVALUATION DU COUT DE MATERIAUX COMPOSITES JUJUBE-POLYESTER

**Pour une dimension** :  $0,5\text{m} \times 0,5\text{m} \times 0,025\text{m}$  soit un volume  $V=0,00625\text{m}^3$ .

**Formulation** : 40/60

En prenant la valeur maximale de la masse volumique du composite  $\rho=1.360\text{kg/m}^3$  (pour noyaux concassés), la masse correspondante au volume précédent est 8,5kg, soit 3,4kg de noyau de jujube (40%) et 5,1kg de résine UP (60%).

Comme on a vu dans le sous-chapitre IV.2., ces 3,4kg de noyaux de jujube sont obtenus à partir de 12,5925kg de jujubes secs.

En plus, on a aussi besoin de catalyseur 0,102kg (1,2%), de gelcoat et d'autres composants en cas de besoin.

Voici un tableau récapitulatif du coût de ces composites :

**Tableau 24 :** Tableau récapitulatif du coût de réalisation

| DESIGNATION                                | Unité | PRIX<br>UNITAIRE<br>(Ar) | NOMBRE  | MONTANT (Ar)   |
|--------------------------------------------|-------|--------------------------|---------|----------------|
| <b>Jujubes secs</b>                        | kg    | 1000                     | 12,5925 | 12592,5        |
| <b>Résine UP</b>                           | kg    | 15000                    | 5,1     | 76500          |
| <b>Catalyseur Péroxyde</b>                 | kg    | 30000                    | 0,102   | 3060           |
| <b>Gelcoat</b>                             | kg    | 24500                    | 0,125   | 3062,5         |
| <b>Autres : charges,<br/>additifs, ...</b> |       | –                        | –       | 4785           |
| <b>Main d'oeuvre</b>                       | U     | 10000                    | 1       | 10000          |
| <b>TOTAL</b>                               |       |                          |         | <b>110.000</b> |

Source : [auteur]

**Conclusion :** Pour un matériau composite de dimension 0,5m×0,5m×0,025m soit un volume  $V=0,00625m^3$ , le coût des composites noyaux de jujube-UP s'élève donc à 110.000Ar.

### VII.3. VALORISATIONS

La valorisation dont on parle ici, c'est l'ensemble des opérations dont le but consiste à donner une nouvelle valeur d'usage à nos composites considérés comme des déchets.

Une fois mis en forme, les matériaux composites noyau de jujube – polyester ne peuvent être modifiés. La seule solution : les broyer, car ces matériaux composites présentent la propriété de pouvoir être transformé après broyage.

**Exemple :** béton, réutilisation comme renfort avec le polyester, gravier d'allées, aires de jeux, parkings, ...

## **VII.4. ETUDES D'IMPACTS SOCIO-ECONOMIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX**

### VII.4.1. AVANTAGES ET INCONVENIENTS SOCIO-ECONOMIQUES DU PROJET DE FABRICATION DES MATERIAUX COMPOSITES NOYAU DE JUJUBE – POLYESTER

#### **VII.4.1.1. Avantages**

- **Culture de Jujubier :**
  - Création d'une source de revenus supplémentaires pour les paysans cultivant le jujubier et les ramasseurs des graines.
  - La valorisation des pulpes obtenus après l'enlèvement des graines peut combattre la malnutrition.
  - Les pulpes des graines peuvent servir aussi comme complément alimentaire pour animaux et aussi comme engrais fertilisant, ce qui favorise le développement de l'agriculture et de l'élevage.
- **Création de PME (Petites et Moyennes Entreprises) :**
  - Création d'emplois grâce à l'entreprise. Sur la zone d'implantation, on pourra ainsi recruter plusieurs ouvriers journaliers. Une partie du taux de chômage pourra être absorbée.
  - Etant une source de revenu pour l'entreprise et les employés, elle favorisera le développement économique de la zone d'implantation.
  - Les impôts et taxes divers alimentent le budget national.

#### **VII.4.1.2. Inconvénients**

- Nécessite d'importer des machines adéquates et performantes à l'étranger.
- Trouver des débouchés qui achètent le produit finis.
- Coût élevé des composites

### VII.4.2. IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX

- Le fait de charger un polymère comme le polyester insaturé avec des sous-produits agronomiques, réduit d'autant sa teneur en matière fossile. L'impact écologique est donc important.

- Si l'on compare un matériau composite renforcé de produits naturels par rapport à un matériau composite renforcé de produits synthétiques (fibres de verre, fibres de carbone, particules de chrome, ...), outre l'absence de toxicité, le faible coût, la faible densité, ... on constate de très grands avantages du point de vue développement durable (voir figure 19).
- Pour la culture du jujubier :
  - purification de l'air
  - protection contre l'érosion du sol
  - favorisation de l'humidité de l'atmosphère
- L'utilisation des graines de jujube ne provoque aucune destruction de l'environnement car ils sont naturels, mais le polyester utilisé contient des produits chimiques à odeur suffocante qui fait partie des agents polluants.

Solutions proposées :

- ✓ L'opération devrait s'effectuer dans un endroit bien aéré et isolé.
- ✓ Pour la création de PME, le lieu de travail devrait être implanté hors des zones urbaines.
- ✓ L'usine d'extraction devrait être implantée hors des zones urbaines.

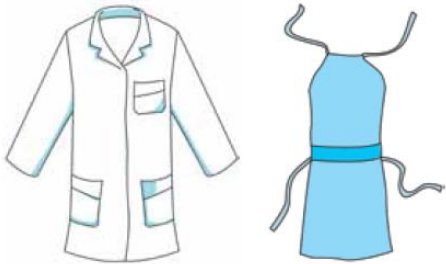
**HYGIENE DE TRAVAIL**

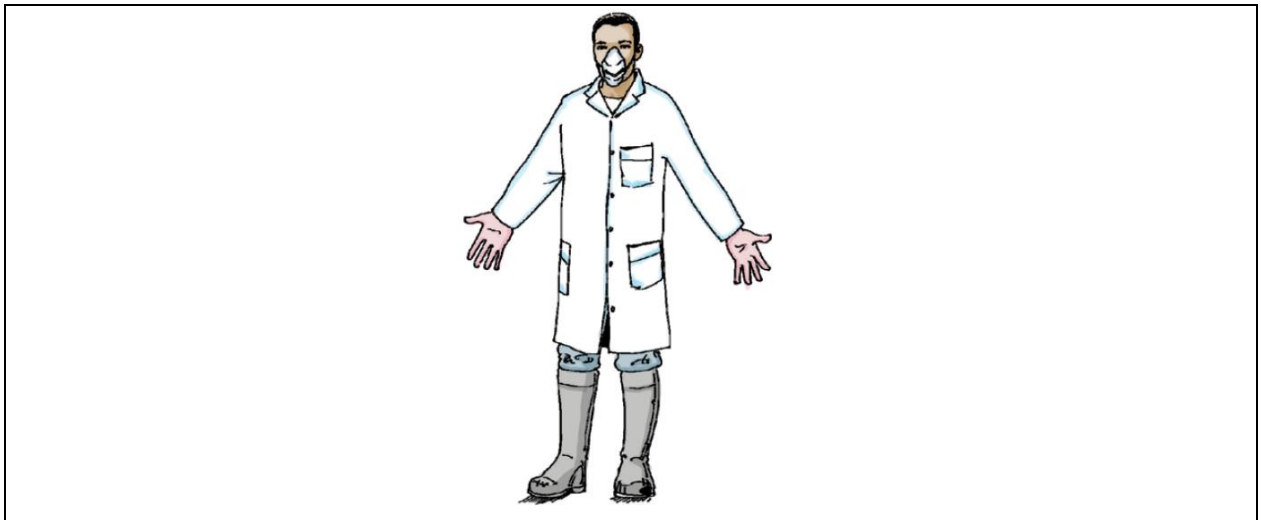
La fabrication de matériau composite à base de polyester insaturé pouvant se révéler dangereux pour l'organisme humain. Plusieurs règles de sécurité sont donc à respecter.

Par exemple :

- Les blessures de la peau sont à protéger avant de commencer le travail.
- Tout contact avec la peau et les yeux est à éviter.
- Les composants avant et après mélange doivent être tenus à l'écart de toutes denrées alimentaires.
- En plus, chaque ouvrier devra disposer du matériel de sécurité ci-dessous :

**Tableau 25:** Tenue de sécurité

|                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  <p>Une blouse ou un tablier</p>                                      | <p>Le port de la <b>blouse</b>, d'un <b>tablier</b> ou d'une <b>chemise</b> à manches longues est conseillé.</p>                                                                                                                                                    |
|  <p>Une paire de gants en plastique ou en caoutchouc</p>              | <p>Au moment de faire la mesure et la mélange des produits, il est nécessaire de porter des <b>gants</b> en plastique ou en caoutchouc adaptés à la taille des mains.</p>                                                                                           |
|  <p>Un masque de protection ou un cache-nez</p>                      | <p>Pour éviter l'inhalation des vapeurs toxiques provenant des produits chimiques utilisés (polyester, gelcoat, peroxyde), il faut utiliser des <b>masques de protection</b> ou des tissus imbibés d'eau que l'on recouvre autour de l'ensemble « bouche-nez ».</p> |
|  <p>Une paire de bottes en caoutchouc ou des chaussures fermées</p> | <p>Pour que la sécurité soit complète, mieux vaut aussi porter une paire de <b>bottes</b> ou des chaussures fermées.</p>                                                                                                                                            |



Source : [30]

### **CONSIGNES DE SECURITE :**

- Il est impératif de travailler à proximité d'une source d'eau.
- Si la peau entre en contact avec le produit chimique, rincer abondamment à l'eau pour atténuer les effets qui pourront exister.
- En cas d'absorption du produit chimique, boire de l'eau en abondance.
- Les produits chimiques utilisés doivent être conservés hors de portée des enfants et des animaux domestiques.
- Le matériel ayant servi à la production de composite ne doit pas faire l'objet d'un usage culinaire.

## CONCLUSION GENERALE

Au cours de cette étude, on a pu montrer qu'il est possible de mettre en valeur les jujubiers, qui sont des arbres dits « négligés ». Parmi les multiples vertus des différentes parties de l'arbre, nos expérimentations ont prouvé plus particulièrement les intérêts de ses noyaux qui sont considérés comme des déchets inutiles.

A l'issue de la **fabrication des matériaux composites à base de polyester insaturé à partir de noyaux de Jujube, on a pu valoriser ce sous-produit agronomique.**

Ces matériaux composites présentent de nombreuses applications. De plus, le procédé de fabrication est simple et facile, et apporte des effets bénéfiques par la valorisation des résidus agricoles.

D'après notre recherche expérimentale, on a pu démontrer que pour avoir des matériaux composites de bonne qualité (bonne résistance à la compression, à la flexion et à l'humidité), mieux vaut utiliser la proportion 40% de noyaux de jujube et 60% de résine. Chaque fabricant doit utiliser ce qui lui convient parmi les 3 catégories (entier, concassé, poudre) selon son objectif.

Mais ce mélange consomme beaucoup de résine, ce qui provoquerait une hausse du prix de revient du produit.

Notre étude a aussi prouvé que notre projet de fabrication des matériaux composites noyau de jujube-polyester présente beaucoup d'avantages socio-économiques et n'a que peu d'impacts négatifs sur l'environnement.

A partir de ce résultat prometteur, il sera intéressant d'étendre la recherche sur la fabrication de résines biosourcées afin que les matériaux composites obtenus soient 100% naturels.

Étant donné que les ressources pétrolières ne sont pas inépuisables, des solutions alternatives doivent être proposées pour le futur afin de pouvoir continuer la production de matériaux composites à grande échelle. L'introduction de matériaux verts est donc un choix intéressant puisque leur incorporation permet de réduire cette dépendance aux produits pétroliers.

Récemment, un nouveau type de résine polyester contenant une proportion d'huile de soja a envahi le marché. En plus de contenir moins de composants nocifs comme le styrène, ce type de résine ouvre la voie à un tout nouveau marché des composites verts et permet donc une alternative écologique aux entreprises. Le développement de solutions de rechange pour les matériaux dérivés du pétrole s'est accéléré avec la flambée des prix des matières premières et

suite aux dernières études sur le réchauffement climatique. L'utilisation de cette huile végétale comme matière première peut avoir une incidence positive pour la diminution des émissions de dioxyde de carbone causant l'effet de serre, en plus de ralentir l'épuisement des combustibles fossiles.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] : Ana Fuertes/ I.E.S. Pilar Lorengar, « Unité 3 : Les matériaux et leurs propriétés »
- [2] : C. Blasi, E. Coïsson, I. Iori, « Matériaux pour l'ingénieur », 2008
- [3] : Dr Hadj Sadok, « Généralité, classement des matériaux et leurs propriétés », 2011
- [4] : Djebloun Youcef, « Généralité sur les matériaux composites »
- [5] : Jean-Marie Berthelot, « Mécanique des Matériaux et Structures Composites », Septembre 2013.
- [6] : Raphaël Kueny, « Biocomposites : composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles », Thèse pour l'obtention du titre de Docteur de l'Université de Lorraine, 14 novembre 2013
- [7] : Lionel Gendre, « Matériaux composites et structures composites », « Les grandes familles de matériaux composites », Mai 2011
- [8] : Jean-Luc Wertz, ValBiom : « Les biocomposites et composites polymère-chanvre en particulier », Juillet 2014
- [9] : “ Matériaux et techniques, cours n° 10”, 11 /04/ 2018
- [10] : Pirson, P., Bribosia, A., Martin, C., Tadino, “Du maïs au plastique”, 17 décembre 2004
- [11] : Produire des plastiques avec du lait ou du blé « Lait ou du blé », 02/15/2011
- [12] : Laurent Gélinas, “Plastiques bio-sourcés : Étude De Leur Performance Environnementale Comparativement Aux Plastiques Pétrochimiques”, Mai 2013
- [13] : Dossier Enseignant. « Voyage en industrie » Cap Sciences, 2006
- [14] : Ir. Alain Ghodsi, “Le recyclage des plastiques”, 2001
- [15] : Abdoulaye Seyni “Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage”, thèse en vue de l'obtention du doctorat, 11/11/2008
- [16] : cameronscamelcampaign, 2014
- [17] : Farida Bensadoun, « Développement et caractérisation d'un procédé de fabrication de composites et biocomposites à base de nanoparticules d'argile et de résine polyester insaturée

destinés à l'industrie du transport », Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de maîtrise, Avril 2011

[18] : « Résines polyester insaturé dans les matériaux composites », 2016

[19] : Yoann Lamy, « Nanostructuration de résines polyester insaturé par des copolymères à blocs : application aux composites SMC et BMC », 12/04/2013

[20] : RAKOTOMANANA Niandry Maminirina, « Contribution à l'étude de l'utilisation de la résine polyester insaturé isophthalique pour la fabrication d'une colle à bois et des composites », L'obtention du diplôme d'Ingénieur en Science et Ingénierie des Matériaux, 19/12/2013

[21] : RANDRIANARINIAINA Rinah, « Fabrication de panneau en matériaux composites à base de balle de riz et de résine polyester », L'obtention du diplôme d'Ingénieur en Science et Ingénierie des Matériaux, 24/04/2019

[22] : Sylvie Jaglin, Lise Debout, Irène Salenson, (AFD, 2018) AFD, Agence française de développement. Du rebut à la ressource : valorisation des déchets dans les villes du Sud, Août 2018

[23] : Identification de solutions pilotes pour la gestion des déchets ménagers à l'échelle communautaire, Rapport de benchmark, (Banque Mondiale, 2020), 3 août 2020.

[24] : Brundtland Gro Harlem, (CMED, 1987) Commission mondiale sur l'environnement et le développement de l'Organisation des Nations unies, Our Common Future. Rapport, 1987.

[25] : Durand M., J.B. Bahers et H. Beradu, « Vers une économie circulaire de proximité ? Une spatialité à géométrie variable », *Déchets, sciences et techniques*, 2016.

[26] : Hoornweg D. et P. Bhada-Tata (2012), *What a Waste: A Global Review of Solid Waste Management*, Urban Development Series Knowledge Papers, n° 15/98, Banque mondiale, Washington D.C, 2012.

[27] : Anaëlle Duchene, CuisineAZ : Jujube, 26/11/2018

[28] : Qing-Han Gao, Chun-Sen Wu, Min Wang, "The Jujube (*Ziziphus Jujuba* Mill.), Fruit: A Review of Current Knowledge of Fruit Composition and Health Benefits", 2013

[29] : « 10 meilleurs avantages de jujube », Agir avec Madagascar-blog.com, 10/09/2018

[30] : Robert NDJOUENKEU, Pierre BIYANZI, Dominique PALLET, African Food Tradition rEvisied by Research, 09/01/2010

## REFERENCES WEBOGRAPHIQUES

- [A] : <http://cogetrad.com/valorisation-des-dechets/> .Comprendre la valorisation des déchets, consulté le 7 avril 2021.
- [B] : <http://jardinage.comprendrechoisir.com/plante/voir/361/jujubier> , consulté le 22 décembre 2020
- [C] : [http://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=jujube\\_\(fruit\)&oldid=165872859](http://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=jujube_(fruit)&oldid=165872859) consulté le 30 décembre 2020
- [D] : <https://www.deco.fr/jardinage/arbre-a-fruits/jujubier> , consulté le 29 janvier 2021
- [E] : <https://region-aura.latribune.fr/strategie/industrie/2014-11-18/coup-de-mou-pour-phyto-valor-la-pepite-qui-valorise-les-noyaux.html> , consulté le 18 avril 2021

# ANNEXES

## ANNEXE 1

### FICHE TECHNIQUE : POLYESTER INSATURE ORTHOPHALIQUE

page 1 of 2

**TECHNICAL DATA SHEET**

CR 2552 PT

**CR-2552 PT**

**I. DESCRIPTION**  
CR 2552 PT is a thixotropic, high reactivity, pre-promoted, non waxed orthophthalic type unsaturated polyester resin

**II. PERFORMANCE**

- ☐ Rigid, fast curing
- ☐ Good workability
- ☐ Good mechanical properties
- ☐ High thixotropic index

**III. SUGGESTED USES**  
Middle laminating for F R P molding products (special for fast working)

**IV. SPECIFICATION**

- ☐ Appearance : turbid
- ☐ Color : reddish-brownish
- ☐ Viscosity at 25 °C, Brookfield LVT #3, 60 rpm : 450 - 550 cPs
- ☐ Gelling time at 25°C, 1 % MEKPO 50 % : 15 - 20 minutes
- Solid Content (NV), 105 °C, 3 hours : 60 – 66 %
- ☐ Acid Value : < 25 mg KOH/g
- ☐ Thixotropic Index (TI) : > 1.7 . . .

**V. MECHANICAL PROPERTIES(Unfilled and Laminates Cured Resin/Typical Values)**

| Properties          | Unit               | Value        | Test Method    |
|---------------------|--------------------|--------------|----------------|
| Tensile Strength    | Kg/cm <sup>2</sup> | 671.6 (1040) | ISO 527 – 1993 |
| Elongation at Break | %                  | 4.2          | ISO 527 – 1993 |
| Flexural Strength   | Kg/cm <sup>2</sup> | 950 (1910)   | ISO 178 – 1993 |
| Barcol Hardness     | -                  | 45(55)       | ISO 179 – 1982 |

**Note** : The specimen cured at room temperature and two hour post cured at 80°C

---

The information contained herein is correct to the best of our knowledge. The recommendations or suggestions contained in this bulletin are made without guarantee or representation as to results. We suggest that you evaluate these recommendations and suggestions in your own laboratory prior to use. Our responsibility for claims arising from breach of warranty, negligence or otherwise is limited to the purchase price of the material.

Issue Date : April, 17, 2001  
Revised no : 3  
Revised date : August 10, 2014

**TECHNICAL DATA SHEET**

CR 2552 PT

**VI. APPLICATION PROCEDURE****FRP APPLICATIONS (TANKS, PIPES, DUCT)  
SPECIAL FOR VERTICAL CONSTRUCTION APPLICATION**

| <u>No.</u> | <u>MATERIALS</u>                | <u>PART BY WEIGHT</u> |
|------------|---------------------------------|-----------------------|
| 1          | CR 2552 PT                      | 69.4 – 69.0           |
| 2          | Fiber Matt (Woven or Non Woven) | 30                    |
| 3          | Pigment                         | As required           |

*Mix all components (except fiber matt) until perfectly mixed. Resin CR 2552 PT added by 0,8 – 1 % MEKPO 50 %, and mix all component with gently mixed. Application of resin toward (Impregnation Methods) fiber matt (woven/ non woven) used by hand lay up and spray up.*

*Gelling time in application can be adjusted by increasing or decreasing dosage of catalyst MEKPO 50 %. The quantity of MEKPO 50 % catalyst should not be more than 2 % and less than 0,8 %.*

**VII. STANDARD PACKING**

220 Kgs in metal drum

**VIII. STORAGE**

Storage life decreases with increasing temperature. Avoid exposure to heat source such as direct sunlight or steam pipes. Keep containers sealed to prevent moisture pick up and monomer loss.

The information contained herein is correct to the best of our knowledge. The recommendations or suggestions contained in this bulletin are made without guarantee or representation as to results. We suggest that you evaluate these recommendations and suggestions in your own laboratory prior to use. Our responsibility for claims arising from breach of warranty, negligence or otherwise is limited to the purchase price of the material.

Issue Date : April, 17, 2001  
Revised no : 3  
Revised date : August 10, 2014

## ANNEXE 2

### FICHE TECHNIQUE : PEROXYDE ETHYLMETHYL CETONE

**UNITED INITIATORS**  
*driving your success*

**CUROX® M-302**

Technical Data Sheet - Thermosets Ketone peroxides (Ambient temperature)

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{HOO}-\text{C}-\text{OOH} \\ | \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array} \quad / \quad \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{H(O)O}-\text{C}-\text{O}-\text{O}-\text{C}-\text{O(O)H} \\ | \qquad \qquad | \\ \text{C}_2\text{H}_5 \qquad \qquad \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$$

|               |                            |
|---------------|----------------------------|
| Chemical Name | Methylethyl ketoneperoxide |
| CAS-No.       | 1338-23-4                  |
| Properties    | Liquid mixture             |

**Description**

Colourless, mobile liquid, consisting of peroxides based on methyl ethyl ketone, essentially desensitised with aliphatic ester. This ketone peroxide is used as an initiator (radical source) in the curing of unsaturated polyester resins. Main application: curing of moulded parts at ambient temperature in combination with cobalt accelerators.

| Technical Data                                        |                                                             |
|-------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| Property                                              | Characteristics / Value                                     |
| Appearance                                            | colourless liquid                                           |
| Active oxygen                                         | approx. 9.5 % w/w                                           |
| De-sensitising agent                                  | aliphatic ester                                             |
| Density at 20°C                                       | approx. 1,02 g/cm <sup>3</sup>                              |
| Viscosity at 20°C                                     | approx. 13 mPas                                             |
| Miscibility                                           | immiscible with water,<br>miscible with ester, UP/VE-resins |
| Critical temperature (SADT)                           | approx. 60 °C                                               |
| Cold storage stability                                | liquid to below -25 °C                                      |
| Recommended storage temperature                       | below 30 °C                                                 |
| Storage stability (activity) as from date of delivery | 6 months                                                    |

Product Information  
25.02.2009  
UI 5019  
Page 1/4

Contact: <http://www.united-initiators.com/>

This product is in compliance with the ElektroG (EU-Directives: RoHS 2002/95/EG, WEEE 2002/96/EG)

## **CUROX® M-302**

Technical Data Sheet - Thermosets Ketone peroxides (Ambient temperature)

### **Further Data**

#### **Application**

##### **POLYESTER CURING:**

Standard curing agent for all UP resin types at ambient temperature in combination with cobalt accelerators. Standard dosage level: 1-3% as supplied, with 0.2-2% of a 1% cobalt solution.

"Shelf life" (gel time of resin + peroxide) usually only a few hours, depending on temperature and resin type. "Pot life" (gel time of resin + peroxide + accelerator) relatively short, but may be prolonged by adding Inhibitor TC-510. Thus, the mould release factor ( $fMR = tMR/tgel$ ) can be improved considerably.

##### **CURING PERFORMANCE:**

Moderate evolution of heat. Relatively long mould release time, moderate mould release factors. Temperatures below 20°C prolong curing times considerably, alternatively cobalt / amine accelerators should then be used.

##### **PROCESSING METHODS:**

Particularly hand lay-up, spray lay-up, centrifugal casting, filament winding, casting of resins, and surface coatings (putties, fillers, gelcoats and topcoats).

##### **SPRAY EQUIPMENT:**

Use spray equipment in accordance with manufacturer's instructions. Ensure all safety devices are operational. Do not clear gun by spraying MEKP into the air.

## CUROX® M-302

Technical Data Sheet -Thermosets Ketone peroxides (Ambient temperature)

### Further Data

Activity:

|                                                                             |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| "Cobalt Curing" after DIN 16945 at 25°C with OPA resin (20g in a test tube) |      |      |      |      |      |      |
| Formulation (parts by weight)                                               |      |      |      |      |      |      |
| Medium reactive resin type (OPA)                                            | 100  | 100  | 100  | 100  | 100  | 100  |
| CUROX® M-302                                                                | 2    | 2    | 2    | 2    | 1    | 1    |
| Accelerator C-101                                                           | 2    | 1    | 0.5  | 0.2  | 1    | 0.5  |
| Curing data                                                                 |      |      |      |      |      |      |
| Gel time $t_{gel}$ [min]                                                    | 1.5  | 2.5  | 5.0  | 19.5 | 6.0  | 12.5 |
| Curing time $t_{max}$ [min]                                                 | 15.0 | 16.0 | 20.5 | 45.5 | 34.0 | 51.5 |
| Peaktemperature $T_{max}$ [°C]                                              | 141  | 143  | 139  | 112  | 107  | 88   |





**UNITED INITIATORS**  
*driving your success*

## **CUROX® M-302**

Technical Data Sheet -Thermosets Ketone peroxides (Ambient temperature)

This information and all further technical advice is based on our present knowledge and experience. However, it implies no liability or other legal responsibility on our part, including with regard to existing third party intellectual property rights, especially patent rights. In particular, no warranty, whether express or implied, or guarantee of product properties in the legal sense is intended or implied. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments. The customer is not released from the obligation to conduct careful inspection and testing of incoming goods. Performance of the product described herein should be verified by testing, which should be carried out only by qualified experts in the sole responsibility of a customer. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation, nor does it imply that similar products could not be used.

Product Information  
25.02.2009  
UI 5019  
Page 4/4

## ANNEXE 3

### GESTION DES DECHETS

La gestion des déchets fait partie des actions pour éviter de polluer l'environnement, c'est avant tout une action de dépollution. Elle permet d'éviter la pollution des sols, de l'eau, de l'air.

**La gestion des déchets** regroupe différentes activités : **la collecte** des déchets, **le tri** et **le traitement** nécessaires à la récupération des éléments et matériaux réutilisables ou de l'énergie, ainsi qu'au dépôt ou au rejet dans le milieu naturel de tous autres produits dans des conditions propres à éviter les nuisances ».

Par exemple, le service public de gestion des déchets comporte le nettoyage des espaces publics, la collecte des ordures, l'évacuation et le dépôt des matières enlevées.

Il existe plusieurs procédés de traitement des déchets :

- L'incinération
- L'enfouissement
- Le recyclage.
- Le compostage
- La méthanisation

Dans les pays en voie de développement, les hommes enfouissent, brûlent ou réutilisent leurs résidus comme aliments pour le bétail, fertilisants pour les terres ou rarement comme matériaux promis à une nouvelle vie.

La majorité de ces déchets sont encore déposés dans des décharges pour être incinérés au détriment de la valorisation (recyclage, incinération avec valorisation énergétique, compostage) dont les méthodes de traitement sont plus écologiques.

Des efforts ont été menés ces dernières années dans le cadre des politiques environnementales sur les déchets. L'objectif étant de limiter les rejets dans l'air, le sol et l'eau, d'inciter le tri à la source des déchets, de réduire les emballages, d'augmenter les taux de recyclage... Par exemple, à Madagascar, la banque mondiale a recensé 17 projets pilotes pour la gestion communautaire des déchets solides.

Mais le concept de développement durable, incluant le respect de l'environnement est loin d'être mis en œuvre en particulier dans les pays en voie de développement. Il est indispensable

de promouvoir la valorisation des déchets qui est encore peu explorée. si on veut contribuer aux objectifs de développement durable.

Nous allons expliquer ce concept de **valorisation des déchets**, ses avantages et les différentes modalités.

### UTILITES ET TYPES DE LA VALORISATION DES DECHETS

La **valorisation** apporte une nouvelle valeur aux déchets, en les sortants du circuit de collecte et de traitement. La **valorisation** s'oppose à **l'élimination**. Elle permet de faire des économies de matières premières et contribue au respect de la planète et à son développement durable (Cogetrad, 2016).

Le succès mitigé ainsi que la conscience d'une dégradation de l'environnement et du climat ont conduit dans les années 2010 à de nouvelles orientations : la promotion de l'économie circulaire (Durand et al., 2016).

Avec le concept d'économie circulaire, le déchet devient aussi un levier pour limiter les prélèvements sur les ressources naturelles grâce à l'utilisation de matières recyclées. Avec le recyclage et la valorisation, le déchet devient à la fois une véritable ressource et contribue à la protection de l'environnement. La valorisation matière permet de faire des économies dans la production et l'achat de **matières premières**. Valoriser les déchets permet de rallonger **l'utilisation des matières**, ce principe est à la fois **économique et écologique**.

Autrement dit, les déchets ne sont plus des rebuts mais des ressources, qui pourraient devenir lucratives dans ce cercle vertueux. Ce mouvement marque à la fois le retour du « déchet-ressource » aux côtés du « déchet-rebut » (Debout, 2015)

Il existe trois types de valorisation (Cogetrad, 2016) :

- la valorisation matière
- la valorisation organique
- la valorisation énergétique

### **Valorisation matière**

Il s'agit d'utiliser une partie ou la totalité de la matière du déchet dans un **nouveau processus de production**. La valorisation de matière peut être assimilée au **recyclage et au réemploi**.

Le recyclage est la réutilisation d'un déchet dans un nouveau cycle de production. Le déchet peut remplacer totalement ou partiellement une matière première, par exemple utiliser des bouteilles en verre cassées pour en produire des nouvelles.

Notre travail sur les noyaux de jujube s'inscrit en ce sens.

Le réemploi, c'est la réutilisation de déchet dans un usage similaire pour prolonger sa durée de vie (exemple : consignes bouteilles).

### **Valorisation organique**

La valorisation organique repose sur le **compostage et la méthanisation**.

Le compost créé à l'issue du compostage sert à la **régénération des sols**.

La **méthanisation** est un procédé de fermentation qui produit du biogaz appelé **méthane**.

### **Valorisation énergétique**

La valorisation énergétique se fait par **l'incinération des déchets**, à l'aide de fours spécifiques, ce qui permet d'obtenir de **la chaleur** permettant l'alimentation des systèmes d'électricité et de chauffage.

Il existe un nouveau système appelé : **pyrolyse**. Les déchets sont chauffés entre 400 à 600°C, les déchets sont alors soumis à **une réaction thermique** et se décomposent. Les déchets sont utilisés en tant que combustible liquide, solide ou gazeux.

## TABLE DES MATIERES

|                                                                                                        |           |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| TENY FISAORANA.....                                                                                    | I         |
| REMERCIEMENTS.....                                                                                     | III       |
| SOMMAIRE.....                                                                                          | V         |
| LISTE DES FIGURES.....                                                                                 | VI        |
| LISTE DES TABLEAUX.....                                                                                | VIII      |
| LISTE DES PHOTOS.....                                                                                  | IX        |
| LISTE DES ABREVIATIONS.....                                                                            | X         |
| <b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>                                                                     | <b>1</b>  |
| <b>PARTIE I : .....</b>                                                                                | <b>1</b>  |
| ETUDES BIBLIOGRAPHIQUES .....                                                                          | 1         |
| <b>Chapitre I : GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES.....</b>                                      | <b>3</b>  |
| I.1. LES MATERIAUX.....                                                                                | 3         |
| I.2. LES MATERIAUX COMPOSITES.....                                                                     | 8         |
| I.3. ETUDE DES DIFFERENTS CONSTITUANTS DES MATERIAUX COMPOSITES .....                                  | 12        |
| <b>Chapitre II : ETUDE D’UN CAS PARTICULIER D’UNE MATRICE : LES POLYESTERS INSATURES (UP).....</b>     | <b>38</b> |
| II.1 OBTENTION DE LA RESINE POLYESTER INSATURE.....                                                    | 38        |
| II.2. LES 2 TYPES DE POLYESTER INSATURE LES PLUS PERFORMANTS .....                                     | 42        |
| II.3. LES PROPRIETES DES RESINES POLYESTERS.....                                                       | 43        |
| <b>Chapitre III : LE ZIZIPHUS JUJUBA.....</b>                                                          | <b>49</b> |
| III.1. POURQUOI LE CHOIX « NOYAU DE JUJUBE » ? .....                                                   | 49        |
| III.2. GENERALITES : JUJUBIER EN GENERAL.....                                                          | 52        |
| III.3. ETUDE DU GENRE ZIZIPHUS JUJUBA.....                                                             | 53        |
| <b>PARTIE II : .....</b>                                                                               | <b>3</b>  |
| ETUDES EXPERIMENTALES .....                                                                            | 3         |
| <b>Chapitre IV. IDENTIFICATION DES MATIERES PREMIERES .....</b>                                        | <b>64</b> |
| IV.1. OBTENTION ET PREPARATION DES NOYAUX .....                                                        | 64        |
| IV.2. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DES NOYAUX DE JUJUBE.....                           | 65        |
| IV.3. DETERMINATION DES MASSES VOLUMIQUES DES DEUX PRINCIPAUX COMPOSES ORGANIQUES UTILISES .....       | 69        |
| <b>Chapitre V : FABRICATION DE COMPOSITES A BASE DE NOYAUX DE JUJUBE ET DE POLYESTER INSATURE.....</b> | <b>72</b> |
| V.1. INTRODUCTION .....                                                                                | 72        |

|                                                                                                             |            |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| V.2. PROCESSUS DE FABRICATION .....                                                                         | 72         |
| V.3. RESULTATS.....                                                                                         | 76         |
| <b>Chapitre VI : CARACTERISTIQUES DES COMPOSITES A BASE DE NOYAUX DE JUJUBE ET DE RESINE POLYESTER.....</b> | <b>78</b>  |
| VI.1. PROPRIETES PHYSIQUES DU COMPOSITE .....                                                               | 78         |
| VI.2. PROPRIETES MECANIQUES DU COMPOSITE (COMPRESSION, FLEXION) .....                                       | 82         |
| VI.3. RESISTANCE A L'HUMIDITE .....                                                                         | 90         |
| VI.4. ESSAIS D'USINABILITE ET D'OUVRABILITE.....                                                            | 94         |
| <b>Chapitre VII. APPROCHE SUR LES IMPACTS SOCIO-ECONOMIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX.....</b>                    | <b>95</b>  |
| VII.1. UTILISATIONS DES COMPOSITES A BASE DE POLYESTER INSATURE ET DE NOYAUX DE JUJUBE .....                | 95         |
| VII.2. EVALUATION DU COUT DE MATERIAUX COMPOSITES JUJUBE-POLYESTER .....                                    | 95         |
| VII.3. VALORISATIONS.....                                                                                   | 96         |
| VII.4. ETUDES D'IMPACTS SOCIO-ECONOMIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX .....                                         | 97         |
| <b>CONCLUSION GENERALE.....</b>                                                                             | <b>101</b> |
| <b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>                                                                     | <b>103</b> |
| <b>REFERENCES WEBOGRAPHIQUES.....</b>                                                                       | <b>105</b> |
| <b>ANNEXE 1 .....</b>                                                                                       | <b>a</b>   |
| <b>ANNEXE 2 .....</b>                                                                                       | <b>c</b>   |
| <b>ANNEXE 3 .....</b>                                                                                       | <b>g</b>   |

# TITRE : « *Valorisation des sous-produits agronomiques : fabrication des matériaux composites à base de polyester insaturé et de noyaux de Jujube* »

Auteur : Mademoiselle RABESOLO Anjaranandrainaina Murielle

Nombre de pages : 105

Nombre de figures : 35

Nombre de photos : 28

Nombre de tableaux : 25



## RESUME

Les matériaux composites se développent aujourd'hui dans pratiquement tous les domaines et sont à l'origine de formidables challenges dans diverses réalisations de hautes technologies. En outre, durant quelques années, la protection de l'environnement s'est imposée comme une donnée fondamentale à prendre en compte dans le processus de développement économique et social dans lequel s'est engagé Madagascar. Les déchets agricoles sont des sources de pollution considérable. Ceci nous amène à trouver des moyens techniques pour réduire ces déchets. Nous choisissons alors comme projet, «la fabrication des matériaux composites à base de Polyester insaturé et de noyaux de jujube (entiers, concassés, en poudre) ». Le composite obtenu avec la formulation 40% de noyaux de jujube et 60% de résine est de bonne performance (masse volumique comprise entre 1,215g/cm<sup>3</sup> et 1,360g/cm<sup>3</sup>, résistance à la compression comprise entre 34,041MPa et 42,462MPa, résistance à la flexion comprise entre 3,151MPa et 3,651MPa, taux d'humidité environ 1,20%). Les résultats obtenus dans cette étude nous permettent alors de confirmer qu'il est possible de valoriser les sous-produits agronomiques considérés comme des résidus. Pour les étudiants avides de recherche, une étude plus approfondie sur d'autres propriétés mécaniques en font un sujet d'étude très intéressant.

**Mots-clés:** matériau composite, polyester insaturé, noyau de jujube, formulation, résistance à la compression, résistance à la flexion, taux d'humidité

## ABSTRACT

Composite materials are developing today in practically all fields and are the source of formidable challenges in various high-tech achievements. In addition, for a few years, the protection of the environment has emerged as a fundamental factor to be taken into account in the process of economic and social development in which Madagascar is engaged. Agricultural wastes are source of considerable pollution. This leads us to find technical means to reduce these wastes. We then choose as a project, «the manufacture of composite materials based on unsaturated polyester and jujube cores (whole cores, crushed cores, powdered cores)». The composite obtained from the formulation of 40% jujube cores and 60% resin has good performance (density between 1,215g/cm<sup>3</sup> and 1,360g/cm<sup>3</sup>, compressive strength between 34.041MPa and 42.462MPa, flexural strength between 3.151MPa and 3.651MPa, rate humidity about 1.20%). The results obtained from this study then allow us to confirm that it is possible to valorize the agronomic by-products considered as residues. For research-avid students, further study of other mechanical properties makes this a very interesting subject of study.

**Key words:** composite material, unsaturated polyester, jujube core, formulation, compressive strength, flexural strength, rate humidity

---

**Encadeur :** Madame RASOATAHINJANAHARY Harivola, Maître Assistant

**Coordonnées de l'auteur :** Tél : 034 76 685 91

E-mail : [muriellerabesolo@gmail.com](mailto:muriellerabesolo@gmail.com)