



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Abderrahmane Mira-Bejaia

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

En Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Polymères

Thème

**Matériaux biocomposites à base de polylactide
(PLA) et fibres végétales (fibres d'ortie)**

Présenté par :

M^{elle} BOUAOUN LILA

M^{elle} AISSAT SELMA

Encadré par :

Dr. ZAIDI LYNDA

Dr. ZEMBOUAI IDRIS

Promotion 2019/2020



Remerciement

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

*Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide et l'encadrement de notre promotrice **Dr. Zaidi Lynda**, on la remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.*

*Un grand merci pour notre Co-promoteur **Dr. Zembouai Idris** pour ses conseils et son soutien moral et ses encouragements.*

Nos vifs remerciements aux membres de jury pour avoir accepté de juger notre présent travail.

En fin toute personne qui a participé de près ou de loin à l'accomplissement de ce mémoire soit sincèrement remerciée.

Liste des abréviations

PLA : Poly (acide lactique)

PHA:Polyhydroxyalkanoate

PHBV:Poly (3-Hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate)

PCL:Polycaprolactone

PEA: Polyester aramides

PLLA: Poly (L-lactide)

PDLA:Poly (D-lactide)

PDLLA : Poly (DL-lactide)

PS : Polystyrène

PET : Polyéthylène téréphtalate

DSC : Differential scanning calorimetry (calorimétriédifférentielle a balayage)

ATG : Analyse thermogravimétrique

DMA : Analyse thermomécanique dynamique

MEB : Microscopie électronique à balayage.

PP : Polypropylène

T_f: Température de fusion

T_g: Température de transition vitreuse

T_c : Température de cristallisation

Liste des figures

Figure I.1 : Capacité de production mondiale des bioplastiques

Figure I.2 : Classification des polymères biodégradables

Figure I.3 : Structure chimique du polyacide lactique

Figure I.4 : Classification des différents types de fibres naturelles

Figure I.5 : Structure chimique de la cellulose

Figure I.6 : Morphologie d'une micro fibrille cellulosique

Figure I.7 : Liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires entre deux chaînes cellulose

Figure I.8 : Structure chimique des unités de base de l'hémicellulose

Figure I.9 : Présentation des trois unités composant la lignine

Figure I.10 : Structure d'une fibre végétale

Figure I.11 : Structure d'une micro fibrille de cellulose

Figure I.12 : Différentes techniques de rouissage

Figure I.13 : Tige de lin éparpillé dans le champ

Figure I.14 : Différents usages des fibres végétales dans le passé

Figure I.15 : Plante d'ortie

Figure I.16 : Photographie MEB de la coupe transversale d'une tige d'ortie

Figure II.1 : Classification schématique des différents types de composites

Figure II.2 : Etape de compoundage de la fibre et du polymère puis injection du compound dans un moule

Figure II.3 : Schéma de principe d'une ligne de compoundage-extrusion

Figure II.4 : Schéma d'une presse à injecter

Figure II.5 : Interface fibre/matrice dans un composite

Figure II.6 : Microscopie électronique à balayage (MEB)

Figure II.7 : Image du DMA et calorimètre différentiel à balayage

Figure II. 8 :Exemples d'applications des biocomposites, (a) : emballage alimentaire, (b) : valise, (c) : lunettes, (d) : panneaux de portières de voitures, (e) : lavabo.

Figure II.9: Modules de traction des composites PLA/lin par rapport au PP/lin

Figure II.10 :Thermogrammes ATG :(a) PLLA, (b) PLLA/KF (90/10), (c) PLLA/KF (80/20), (d) PLLA/KF (70/30), and (e) KF

Figure II.11 : Evolution du module élastique et module visqueux des biocomposites PLA/fibre en fonction de la fréquence.

Figure II.12 :Comparaison des courbes maîtresses des matrices avec celles des mélanges pour une température de référence : (a) 180 °C pour le PLA.

Figure II.13 : Thermogrammes ATG des biocomposites PLA-fibre d'ortie

Figure II.14 : Evolution du module de stockage des biocomposites et du poly (acide lactique vierge à différentes température.

Figure II.15 : Micrographies MEB des biocomposites PLA/fibre d'ortie

Figure II.16 : Evolution du taux d'absorption d'eau des biocomposites à base de polyester/fibre d'ortie

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Comparaison des propriétés de PLA avec celle de polymère synthétique

Tableau I.2 : Composition chimique de quelque fibre végétale

Tableau I.3 : Composition chimique de la fibre d'ortie

Tableau II.1 : Propriétés mécanique moyennes en traction de fibre végétales ainsi que celles de fibres de verre

Tableau II.2 : Propriétés thermiques des biocomposites à base de PLLA/kénaf

Tableau II.3 : Propriétés mécaniques des biocomposites PLA/fibre d'ortie

Introduction

Sommaire

Introduction	1
Chapitre I :Etat de l'art : Biopolymères et fibres végétales	
I.1. Biopolymère.....	3
I.1.1. Définition du biopolymère.....	3
I.1.2. Production des biopolymères.....	3
I.1.3. Classification des polymères biodégradables.....	4
I.1.3.1. Polyacide lactique.....	6
I.2. Fibres végétales.....	6
I.2.1. Définition de la fibre végétale.....	6
I.2.2. Classification des fibres végétales.....	7
I.2.3. Composition chimique des fibres végétales.....	8
I.2.3.1. Cellulose.....	8
I.2.3.2. Hémicellulose.....	10
I.2.3.3. Lignine.....	10
I.2.3.4. Extractibles.....	11
I.2.4. Microstructure des fibres végétales.....	11
I.2.5. Extraction des fibres végétales.....	12
I.2.5.1. Rouissage biologique.....	13
I.2.5.2. Rouissage chimique.....	14
I.2.5.3. Rouissage mécanique.....	14

I.2.6. Application des fibres végétales.....	14
I.2.7. Avantages et inconvénient des fibres végétales.....	15
I.2.8. Fibres d’ortie.....	15
I.2.8.1. Présentation de la plante d’ortie.....	15
I.2.8.2. Présentation des différentes parties de la plante.....	17
I.2.8.3. Dénomination de l’ortie.....	17
I.2.8.4. Composition chimique de la fibre d’ortie.....	18
I.2.8.5. Morphologie de la fibre de l’ortie	18
I.2.8.6. Application de l’ortie.....	19
I.2.8.7. Vertus de l’ortie.....	19

Chapitre II : Etat de l'art :Biocomposites à base de fibres végétales

II.1. Définition.....	20
II.2. Procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales.....	21
II.3. Interface fibres végétales/matrice.....	23
II.4. Influence de la taille des fibres.....	24
II.5. Influence du taux du renfort.....	25
II.6. Influence de l’orientation et la dispersion du renfort.....	25
II.7. Influence de l’humidité.....	25
II.8. Techniques de caractérisation des biocomposites.....	26
II.9. Domaine d’application des biocomposites à fibres végétales.....	27
II.10. Propriétés des biocomposites à matrice PLA et fibres végétales.....	28

II.10.1. Propriétés mécaniques.....	28
II.10.2. Propriétés thermiques.....	29
II.10.3. Propriétés rhéologiques.....	30
II.11. Propriétés mécaniques des fibres d'orties.....	32
II.12. Rappels bibliographiques sur les biocomposites à base de PLA et fibres d'ortie.....	32
Références bibliographiques.....	38
Conclusion	43

Introduction

Les composites qui sont définis comme une combinaison entre un polymère et un renfort représentent une nouvelle classe de matériaux aux propriétés améliorées. Par ailleurs, la fabrication des renforts synthétiques demande beaucoup d'énergies et ce type de renforts à des limites environnementales. Elles ne sont ni naturelles ni renouvelables. Pour ces différentes raisons, depuis plusieurs années, des chercheurs et des industriels ont commencé à chercher d'autres ressources afin de remplacer une partie des fibres conventionnelles par des fibres naturelles. Le remplacement de fibres artificielles par de nouvelles fibres naturelles fait partie de la protection de l'environnement et du développement durable [1-7].

Les fibres naturelles végétales sont de plus en plus étudiées et employées comme renforts des matériaux composites. L'Algérie dispose de réserves importantes de fibres végétales (fibres d'ortie, fibres de diss, fibres d'alfa, etc.), cela permet non seulement la valorisation de ressources locales mais aussi le développement de matériaux et de technologies prenant en compte la protection de l'environnement. Au cours de ces dernières années, l'intérêt pour les fibres d'ortie croît de façon exponentielle, ces fibres ont montré des propriétés mécaniques intéressantes et comparables à celles des fibres artificielles.

Un des principaux challenges dans le développement des matériaux composites est de substituer les matrices issues de ressources non renouvelables par des plastiques biosourcés et biodégradables. Le recours au bioplastique prend une place de plus en plus importante. Le PLA avec ses propriétés rhéologiques, propriétés mécaniques et thermiques remarquables est un des candidats hautement potentiels à utiliser comme matrice dans les mélanges biocomposites [1].

Ce manuscrit constitue une recherche bibliographique qui traite essentiellement les matériaux biocomposites à matrices biopolymères renforcés par des fibres végétales. Cette revue bibliographique se subdivise en deux chapitres :

Le premier chapitre traite essentiellement les matériaux biopolymères et les fibres végétales. En premier lieu, nous proposons un rappel sur les biopolymères, en particulier le PLA: on rappellera quelques définitions, les propriétés des biopolymères et leurs différents domaines applications. Nous exposons dans une seconde partie, les fibres végétales en général et les fibres d'ortie en particulier : leur structure chimique et morphologique, leurs propriétés d'usage et les différentes techniques d'extraction de ces fibres à partir de la plante.

Le deuxième chapitre est une synthèse bibliographique sur les matériaux biocomposites renforcés par des fibres végétales. La première partie est un bref rappel sur les matériaux biocomposites. Les différentes techniques de caractérisation et de mise en œuvre de ces matériaux biocomposites seront présentées, ainsi que leurs domaines d'applications. Ensuite, nous présentons une brève synthèse de quelques résultats obtenus dans la littérature en ce qui concerne les propriétés de matériaux biocomposites à base de PLA et fibres végétales. Nous terminons en fin par un rappel bibliographique sur quelques travaux consacrés aux matériaux biocomposites PLA /fibres d'ortie. Une conclusion clôturera notre manuscrit.

Chapitre I

Etat de l'art : Biopolymères et fibres végétales

I.1. Biopolymères

I.1.1. Définition du biopolymère

Le terme biopolymère englobe aujourd'hui à la fois des polymères « issus de ressources renouvelables » et des polymères dits « biodégradables ». Le premier aspect est défini par une norme (ASTM, 2005). Cette dernière est basée sur une méthode de mesure du taux de carbone issu de la biomasse. Les termes « biosourcé », ou « issu de ressources naturelles », ou encore « issu de ressources renouvelables » s'appliquent aux polymères dont la majorité des constituants proviennent de la biomasse. La source peut être végétale ou animale. Ce terme s'applique aussi bien aux polymères directement extraits de la biomasse (amidon, chitine, PHA) qu'à ceux obtenus par polymérisation d'un monomère naturel (PLA). Les polymères biodégradables sont définis comme étant des matériaux aptes à subir une décomposition par des organismes biologiques (bactéries, champignons...), dans un environnement favorables tels que l'humidité, le pH, la température... [3].

I.1.2. Production des biopolymères

Les biopolymères constituent une bonne alternative en vue de remplacer les plastiques conventionnels par des matériaux capables de se dégrader après leur utilisation sans aboutir à une augmentation de la teneur en CO₂ atmosphérique.

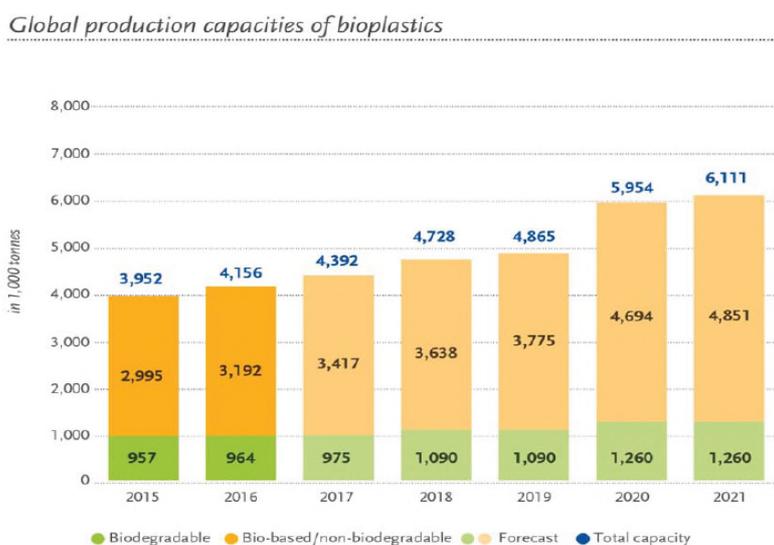


Figure I.1 : Capacité de production mondiale des bioplastiques[4].

Les biopolymères constituent donc un domaine en plein essor, comme en témoigne l'augmentation de leur capacité de production (figure I.1). La capacité de production des bioplastiques à l'échelle mondiale devrait passer d'environ 4,1 million de tonnes en 2016 à approximativement 6,1 millions de tonnes en 2021.

I.1.3. Classification des polymères biodégradables

Parmi les polymères biodégradables, nous pouvons distinguer deux groupes classés selon leur origine (naturelle ou synthétiques) : les agro-polymères et les biopolymères.

Les agro-polymères sont issus de la biomasse et de ses dérivés, donc directement de la nature, alors que les biopolymères sont des polyesters obtenus par fermentation, tels que les polyhydroxyalcanoates (PHA), ou par synthèse de monomères issus de la biomasse, polyacide lactique (PLA), ou issus de ressources fossiles, polycaprolactone (PCL), polyesteramides (PEA) [5].

En règle générale, les produits issus de la nature se dégradent beaucoup plus rapidement que ceux provenant de la pétrochimie, mais ne permettent pas de couvrir l'ensemble des applications. Il est alors apparu indispensable de s'intéresser et de synthétiser de nouveaux polymères biodégradables capables de remplacer à terme la plupart des matériaux actuellement utilisés.

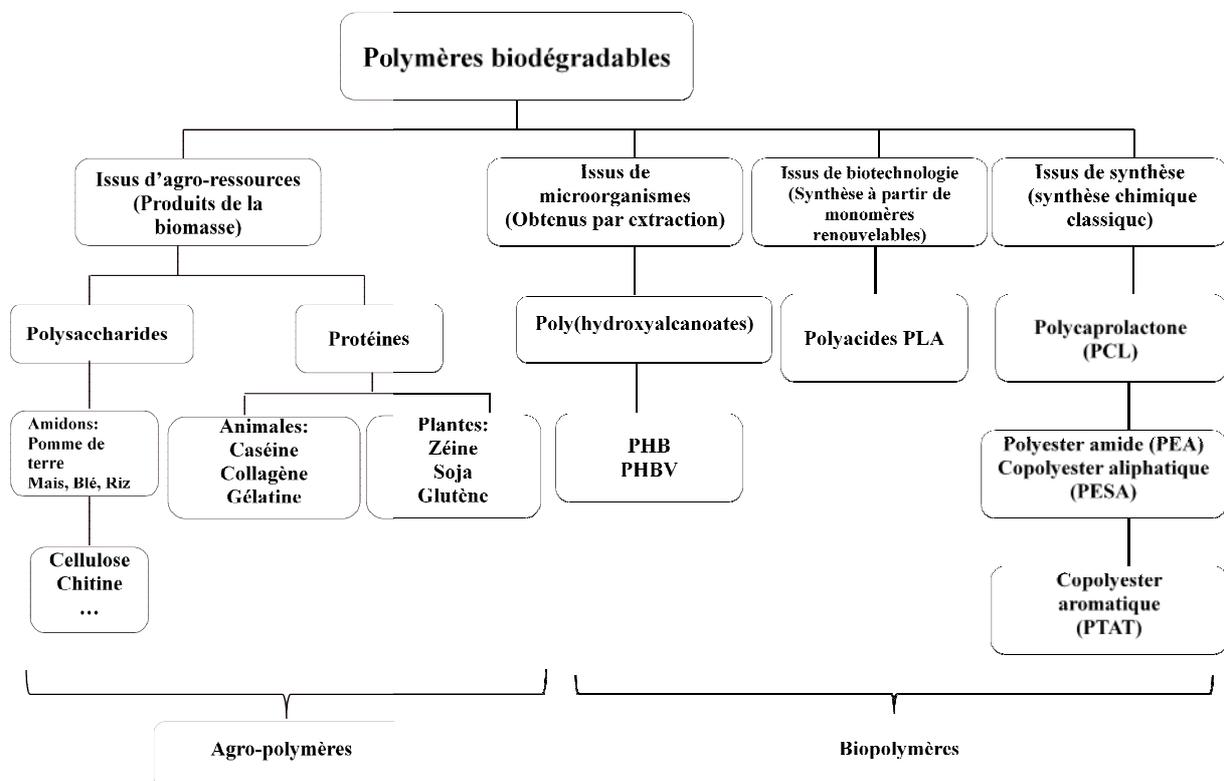


Figure I.2: Classification des polymères biodégradables [5].

Dans ce mémoire, nous nous sommes focalisés uniquement à la présentation des polymères biodégradables issus de la biotechnologie (synthétisés à partir de monomères renouvelables) tels que les polylactides.

1.1.3.1. Polyacide lactique (polylactide)

Le polyacide lactique, aussi dénommé polylactide (PLA), est un polymère issu de ressources renouvelables, provenant de l'estérification de l'acide lactique obtenu par fermentation bactérienne de l'amidon ou synthèse chimique. C'est un polyester aliphatique synthétisé généralement soit par condensation à partir d'un α -hydroxy acide (l'acide lactique), soit par polymérisation par ouverture de cycle, à partir d'un monomère le lactide, dimère cyclique de l'acide lactique.

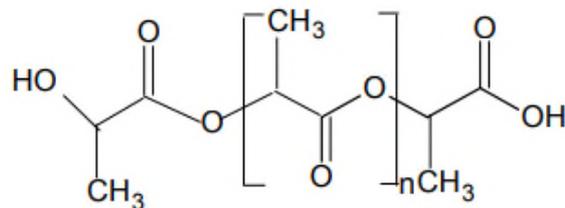


Figure I.3 : Structure chimique du polyacide lactique

Il existe plusieurs formes du PLA; notamment, poly (L-lactide) (PLLA) à une cristallinité d'environ 37 % poly (D-lactide) (PDLA) et poly (DL-lactide) (PDLLA). Le PLLA correspond à un composé hautement cristallin alors que le mélange des isomères D et L conduit à un polymère amorphe, les unités D et L étant distribuées au hasard tout au long de la chaîne du polymère. Tandis que le PDLA est complètement amorphe [6].

L'intérêt principal du PLA réside dans la disponibilité et le coût faible de l'acide lactique. Désormais disponible à l'échelle commerciale, il est fabriqué par différentes compagnies sous différentes appellations. Il est connu pour sa biodégradabilité et sa biocompatibilité.

Ses propriétés mécaniques sont proches de celles du polystyrène et du polyéthylène téréphtalate (Tableau I.1)

Tableau I.1 : Comparaison des propriétés du PLA avec celles de polymères synthétiques d'origine fossile [7].

Propriétés	PLA	PS	PET
Masse volumique (kg/m ³)	1,25	1,04	1,3
Température de fusion (°C)	170	150-170	250
Température de transition vitreuse (°C)	60	100	80
Module (GPa)	3	3-3,4	2,4
Contrainte à la rupture (MPa)	40-60	40-60	59
Déformation (%)	2,5	1-4	13-16
Biodégradable	Oui	non	non

Le développement des matériaux à base de poly(acide lactique) PLA est des plus révélatrices. Ces biopolyesters biodégradables rencontrent des applications dans des domaines différents de type emballage alimentaire tels que les bouteilles, les barquettes salades, les barquettes pour fruits et légumes et les films [8]. Pour des applications à haute valeur ajoutée, le PLA est utilisé dans le domaine médical et pharmaceutique.

Cependant, quelques-unes de ses propriétés, telles que les propriétés de flexion, la perméabilité aux gaz et la température de déformation thermique, sont trop faibles pour des applications répandues. Pour atteindre un niveau de performance souhaité, il est nécessaire d'ajouter un renfort de type minéral (argiles, fibres de carbones, fibres de verre, etc.) ou bien de type organique (fibres végétales).

I.2. Fibres végétales

I.2.1. Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires dont les composants principaux sont de la cellulose, d'hémicelluloses et de la lignine et en proportion relativement réduite d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales.

Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [4].

I.2.2. Classification des fibres végétales

Selon la source des organes végétaux, les fibres végétales peuvent être divisées (voir figure I.4) en fibres de tige (kénaif, jute, lin, ramie, etc.), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminées, etc.), de fruits. (Noix de coco) et de graines (coton, kapok, etc.). Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicelluloses) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériels ligneux tels que bois d'œuvre, résidus d'industrie du bois, etc.), les plus utilisées pour la fabrication des panneaux de particules, et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que kénaif, chanvre, sisal, jute, lin, etc.).

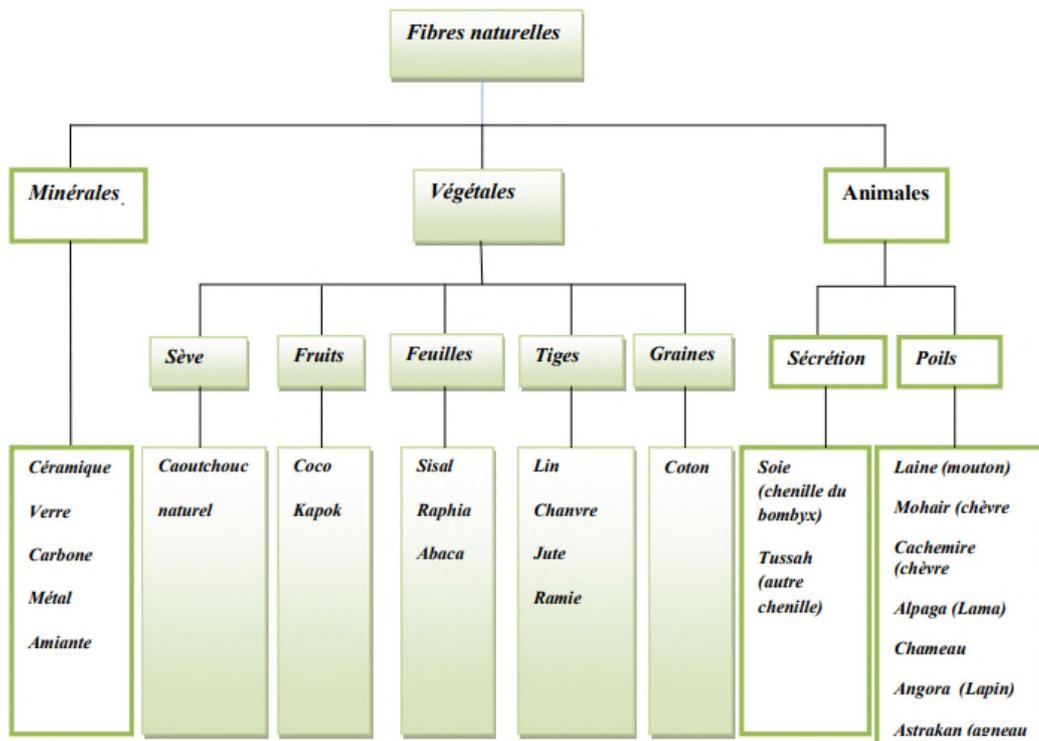


Figure I.4 : Classification des différents types de fibres naturelles [6].

Selon leur longueur, les fibres végétales peuvent être classées en deux catégories : les fibres longues et les fibres courtes. Les fibres longues, dites libériennes, dérivées de tiges et d'écorces de tiges de plantes annuelles sont douces. Par contre, les fibres longues lignocellulosiques issues de feuilles, de tronc d'arbres, d'enveloppe de fruits, sont plus dures et rigides du fait de leur richesse en lignines. Les fibres courtes ou étoupes sont des fibres lignocellulosiques qui sont liées aux fibres longues[5].

La plupart des fibres végétales contiennent de la lignine-cellulose, mais elles contiennent également d'autres composants tels que l'hémicellulose, la pectine, le bois dur, la cendre, la silice, l'huile, la cire et d'autres solutions. Autant de choses à apprendre pour comprendre la concentration individuelle de chacun composant si un composite de fibres naturelles est produit, vers la suite on va présenter quelque composition de la fibre végétale les plus commune [9].

I.2.3. Composition chimique des fibres végétales

Le composant principal de la fibre végétale est la cellulose, mais on trouve également de la lignine ainsi que l'hémicellulose, les protéines et autres composants inorganiques. Cette composition chimique dépend de la source de la fibre, des conditions de croissance, des conditions climatiques, âge des plantes et origine des fibres (feuilles, tige, fruit,...).

Le tableau I.2 présente la composition chimique de quelques fibres végétales [10].

Tableau I.2 : Composition chimique de quelques fibres végétales

	Cellulose (%)	Lignine (%)	Cendre (%)
Abaca	56-53	7-9	1-3
Agave	43-62	7-9	1-3
Alfa	33-38	17-19	6-8
Chanvre	57-77	9-13	0.8
Jute	45-63	21-26	2-5
Kénaf	44-72	15-19	22-23
Lin	43-47	21-23	5
Ramie	87-91		

I.2.3.1. Cellulose

La cellulose est considérée comme le polymère renouvelable le plus abondant sur terre. Ce matériau structuré est organisé en micro fibrilles liées les unes avec les autres pour former des fibres de cellulose. La cellulose est un homo-polysaccharide linéaire composé d'unités -D-glucopyranose liées par des liaisons β -(1,4)-glycosuriques.

La structure chimique de la cellulose est présentée sur la figure II .5[10].

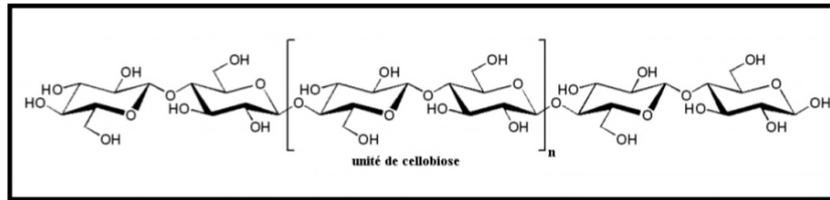


Figure I.5 : Structure chimique de la cellulose

Les chaînes de cellulose ont constituées des micro fibrilles (figure I.6) considérée commedes chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes .par rapport aux autres composants des fibres qui contient une structure amorphe , en effetla cellulose possède une structure en grande partie cristalline ayant le module d'élasticité le plus élevé.

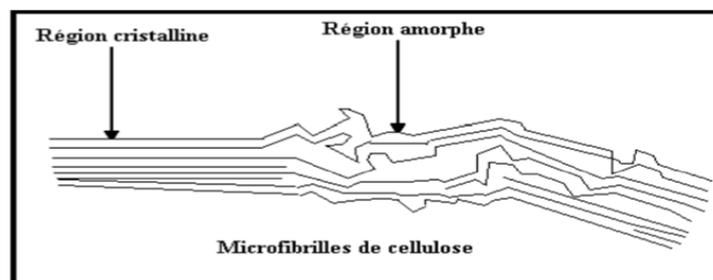


Figure I.6 : Morphologie d'une micro fibrille cellulosique [11].

Les liaisons hydrogène (figure I.7) qui se développent entre les chaînes ont une forte densité qui est parmi les propriétés de la cellulose, La cellulose n'est pas hydrosoluble mais est fortement hydrophilepropriété qui est àl'origine, pour les fibres exploitées, de leur grand confort en tant que fibres textiles[12].

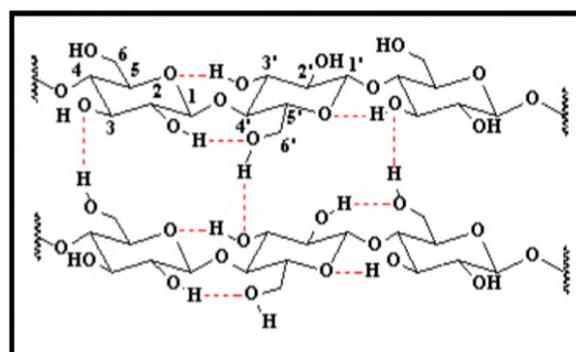


Figure I.7 : Liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires entre deux chaînes cellulosiques [13]

I.2.3.2. hémicellulose

A l'état natif, la cellulose est mélangée à des hémicelluloses qui sont également des polysaccharides, mais ramifiés et contenant des unités saccharidiques de structures moléculaires diverses. Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides amorphes, de masses moléculaires plus faibles que celle de la cellulose. Elles sont composées de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose et d'acides uroniques. Dans leur état naturel, elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale. Ces hémicelluloses ont, en effet, une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus communes dans la paroi des cellules du bois, se trouvent les familles des xylènes, des mannanes et des galactanes. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose (figure I.8) [14].

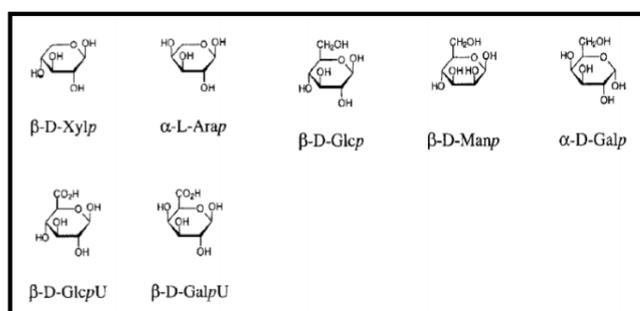


Figure I.8 : Structures chimiques des unités de base de l'hémicellulose [15].

I.2.3.3. Lignine

La lignine est un copolymère tridimensionnel complexe constitué de composés aromatiques et aliphatiques à très haut poids moléculaire. Elle est composée de trois unités différentes de type phénylopropane à savoir les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (figure I.9). C'est un matériau amorphe et hydrophobe de nature. Sa chimie n'a pas encore été précisément établie, mais la plupart de ses groupes fonctionnels et les unités structurales de la macromolécule ont été identifiés. Elle est caractérisée par la forte teneur en carbone mais une faible teneur en hydrogène.

La lignine confère le support structurel, l'imperméabilité et la résistance aux attaques microbiennes, elle joue le rôle d'agent incrusté dans la matrice cellulose/hémicellulose, pour cette raison, la lignine est souvent dénommée l'adhésif de la paroi cellulaire végétale [16]

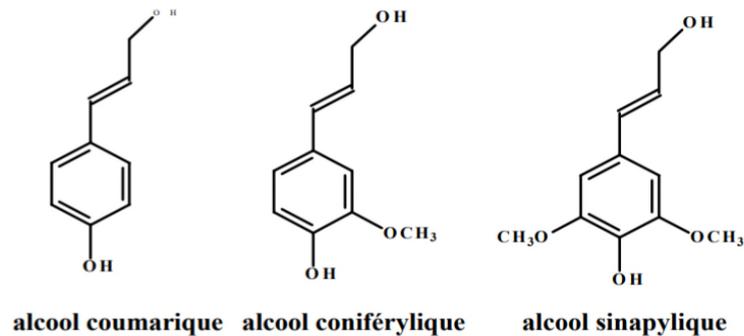


Figure I.9:Présentation des trois unités composant la lignine [16].

I.2.3.4.Extractibles

Ce sont des matériaux qui ne forment pas la structure fondamentale au sein de la paroi cellulaire en les comparants à la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Ces substances chimiques naturelles peuvent être enlevées ou extraites de la matière végétale à l'aide d'un traitement chimique [15]

I.2.4. Microstructure des fibres végétales

Les fibres végétales, quelle que soit leur origine ont toutes la même structure de base (figure I.10). Cette structure est multicouche et possède essentiellement: Une couche intercellulaire ou lamelle mitoyenne d'épaisseur comprise entre 0.5 – 2 μm et est composée de substances pectiques auxquelles de la lignine peut être ajoutée, elle permet de lier les cellules les unes aux autres; Une paroi primaire : très mince (0.03 – 0.1 μm), elle est souvent confondue avec la couche intercellulaire. Elle contient une grande quantité de lignines. Ses micro fibrilles de celluloses enchevêtrées de lignines et hémicelluloses forment un réseau poreux; Une paroi secondaire : composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2, S3). La couche S1 est constituée de microfibrilles croisées, avec un angle compris entre 60° et 80° par rapport à l'axe de la cellule. La couche S2 constitue la partie la plus volumineuse de la paroi. Elle est composée de microfibrilles en hélice formant un angle de 5° à 50° par rapport à l'axe de la cellule. La couche S3 est constituée de microfibrilles dont l'orientation varie entre 60 et 90° par rapport à l'axe de la cellule. [17]

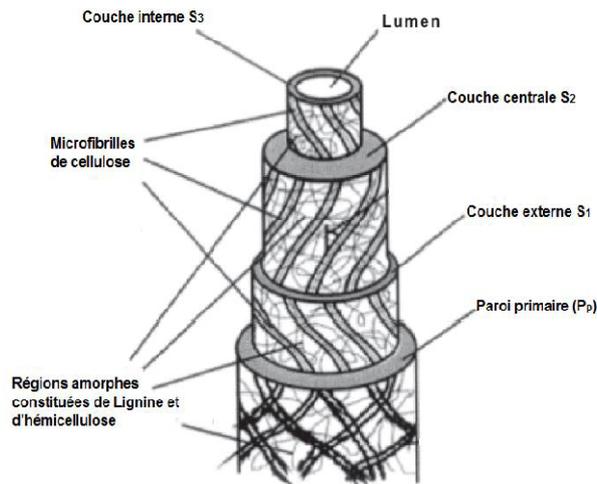


Figure I.10 : Structure d'une fibre végétale [18]

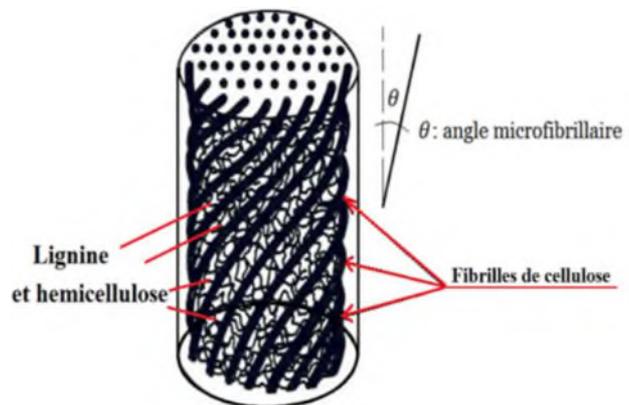


Figure I.11 : Structure d'une microfibrille de cellulose [19].

Chaque couche est donc essentiellement un matériau composite dans lequel les microfibrilles de cellulose rigide sont noyées dans une douce matrice composée principalement de la lignine et des hémicelluloses. L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres. Plus l'angle des microfibrilles (figure I.10) augmente, plus sa rigidité diminue, tandis que l'extensibilité des parois augmente. [17]

I.2.5. Extraction des fibres végétales

Le procédé d'extraction des fibres végétales récoltées sous forme de tige est nécessaire afin d'éliminer les impuretés, et les extractibles comme les hémicelluloses, pectines, et la lignine pour obtenir des fibres ultimes [20].

Les différentes techniques d'extraction des fibres sont : le rouissage biologique, chimique et mécanique (figure I.11).

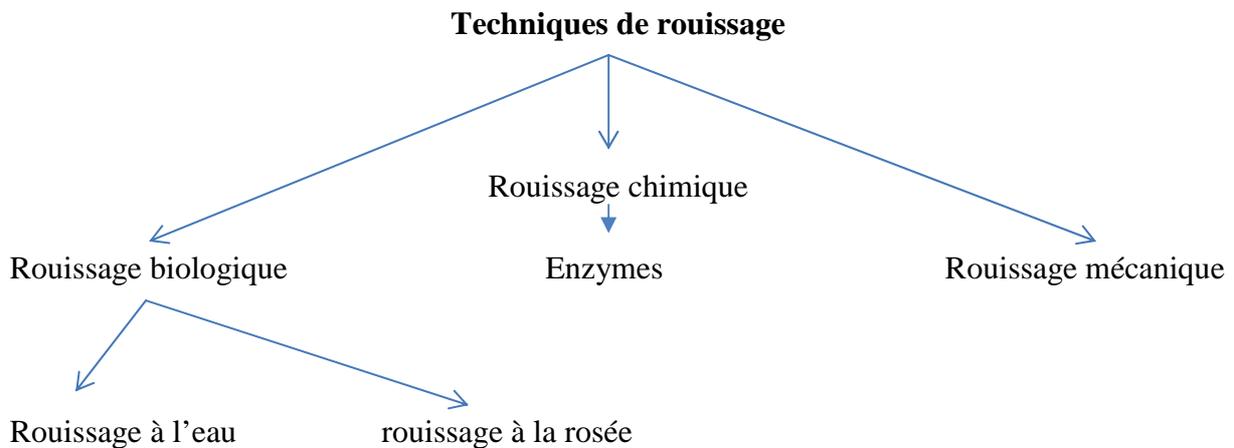


Figure I.11 : Différentes techniques de rouissage

I.2.5.1. Rouissage biologique : est traditionnellement utilisées pour traiter les fibres libériennes, à la fois réalisées par des micro-organismes indigènes. Se fait en deux étapes : rouissage à l'eau et rouissage à la rosée

I.2.5.1.1. Rouissage à l'eau : les tiges sont placées dans des réservoirs remplis avec de l'eau de puits où se développe une communauté pectinolytique pour dissoudre les extractibles.

Le rouissage à l'eau produit des fibres de meilleure qualité, mais provoque la puanteur de la fermentation par les bactéries anaérobies, les fibres teintées de puanteur et des coûts de main-d'œuvre élevés évacue le rouissage à l'eau d'être largement utilisé aujourd'hui. [21]

I.2.5.1.2. Rouissage à la rosée : les tiges sont éparpillées dans le champ, et relativement long, mais fournit des fibres de qualité consiste l'utilisation de certains champignons comme *Pisillus* a fin d'éliminées des substances non cellulosiques[20].

Le rouissage à la rosée, bien qu'il soit largement appliqué en raison de son bon marché, souffre de nombreux inconvénients en raison de dépendance à la météo, grande variation de la qualité des fibres et incontrôlable du processus avec un risque conséquent l'endommagement des fibres, bien que limitation des zones (figure I.12)[22].



Figure I. 12 : Tiges de lin éparpillées dans le champ [23].

I.2.5.2.Rouissage chimique :Se fait à base des enzymes qui accélère le processus de libération de la fibre et se base sur l'utilisation des solutions alcalines tel que : la soude caustique, ou des acides oxalique comme l'acide sulfurique, et l'acide oxalique en combinaison avec un détergent pour l'extraction des fibres. [20]

I.2.5.3.Rouissage mécanique :Le principe est d'utiliser des machines à décortiquer : le vapocraquage, l'ammoniaque a pour but une extraction sans détérioration des substituants des fibres végétales[20].

I.2.6. Applications des fibres végétales

Au début l'homme a utilisé certains organes végétaux sous forme de fibres permettant d'abord la fabrication de fils, ficelles et cordes (figure N°13, a, b, c), puis, grâce à des moyens technologiques de plus en plus sophistiqués (tissage à la main, tricotage, tissage à la machine), l'usage des fibres végétales s'est élargie à la fabrication des tissus (figure N°13, d, e).



Figure I.13 : Différents usages des fibres végétales dans le passé ; a) corde artisanale, b) couffins artisanaux, c) cordes, d) tapis artisanal, e) voiles de bateaux.

Depuis l'année 2002, la production des fibres végétales a été pour la première fois insuffisante pour répondre à la demande qui ne cesse d'augmenter avec l'intérêt croissant des

industriels. Ce qui n'est pas étonnant puisqu'au cours des dernières années, les contextes économique et environnemental ont permis l'émergence de nouveaux débouchés pour les fibres végétales jusqu'ici cotonnées aux secteurs du papier et du textile. Les industries montrent un intérêt croissant pour ces fibres qui ne manquent pas d'atouts pour la fabrication de matériaux composites (voir le chapitre II) alliés aux polymères et trouvent de nouvelles applications dans la plasturgie, le bâtiment et dans l'automobile. On trouve aussi ces composites dans l'électroménager, les emballages, le secteur pharmaceutique, les cosmétiques et bien d'autres domaines[24].

I.2.7. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Elles présentent, toutefois, de nombreux avantages à savoir des propriétés mécaniques proches de celles des fibres de verre (module d'Young) ; telle que le lin. Un recyclage facile (combustion). En plus, les fibres végétales sont distinguées par leurs faibles coûts, leurs légèretés, leurs disponibilités et qui sont aussi des matières premières renouvelables.

En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel : une méthode de mise en œuvre difficilement reproductible (non industrielle), des propriétés physiques non reproductibles, la quantité et la qualité des fibres dépendent de l'environnement et de l'humidité : 8 ou 10 % du taux d'humidité. La disponibilité des matières est maintenant réelle, mais la très grande diversité des sources de fibres et le peu de caractérisation des matières sont encore un frein à un développement industriel de ces matériaux [25].

I.2.8. Fibres d'ortie :

I.2.8.1. Présentation de la plante d'ortie

La plante d'ortie fut l'un des premiers légumes utilisés par l'homme, et même cultivé dès l'âge de pierre. Elle est consommée partout comme "épinard", elle fut l'objet de plantations au moyen âge, que ce soit comme fourrage (pour le bétail) ou pour l'industrie (textile et papier). Dans les années cinquante, elle était présente sur les étals des marchés européens.

Son utilisation ne s'est pas limitée à l'Europe, les bandelettes entourant les momies de L'Égypte ancienne étaient constituées de fibres d'ortie et de la Ramie. En Europe, et notamment en France, on confectionnait des trousseaux de linge de maison en ortie dont on trouve encore aujourd'hui des traces. [26].

Dans la Grèce antique, au Ier siècle après Jésus-Christ, Diocorides et Galien en soulignaient les propriétés diurétiques et laxatives et ont rapporté l'utilisation de l'*ortie* pour traiter l'asthme et certaines maladies de la rate [27]

L'ortie est originaire de l'Eurasie. Elle est aujourd'hui répandue dans les zones tempérées sur tous les continents (Passeport Santé, 2009).

L'ortie dioïque est indigène au Canada. Au Québec, on la retrouve surtout dans les milieux habités, les lieux ouverts, les fossés et en bordure des chemins. Elle peut former des colonies près des maisons abandonnées.

L'ortie dioïque est une plante herbacée vivace, vigoureuse et à longue durée de vie. Sa taille peut atteindre plus d'un mètre. Les feuilles sont d'un vert frais, opposées, pétiolées, stipulées, ovées, dentées et velues sur les deux faces. Les tiges sont plus ou moins raides, quadrangulaires et couvertes de poils urticants. L'effet irritant de l'ortie provient de ces derniers qui renferment de l'acide formique. Les fleurs sont petites, unisexuées, verdâtres et disposées en grappes pendantes aux axes des feuilles, dans la partie supérieure de la tige pour les femelles, et sous forme de chatons pour les mâles. La floraison est estivale, soit de la fin de juin jusqu'en septembre. Le système racinaire est composé de longs rhizomes qui permettent à l'ortie de se propager rapidement, jusqu'à devenir envahissante. Le fruit est un akène rempli de minuscules graines brunâtres à noirâtres comme représenté da la figure suivante (figure I.14) [28].



Figure I.14 : Plante de l'ortie

I.2.8.2. Présentation des différentes parties de la plante

- **Tiges** :Elles sont robustes, dressées (mis à part pour les stolons et rhizomes), non ramifiées et leur coupe transversale est quadrangulaire. Elles sont recouvertes de poils urticants.
- **Racines** :L'ortie présente de longues racines et rhizomes (ce sont des tiges par leur structure, mais vu leur disposition sous terrain on peut les considérer comme des racines spécialisées) qui permettent de former des colonies. Les racines renferment des polysaccharides, une lectine, de nombreux composés phénoliques, des lignanes et des stéroïdes.
- **Feuille** :
 - La teinte générale est vert sombre
 - Le bord est grossièrement denté
 - La feuille est ovale-allongée, terminée en pointe
 - Des poils urticants sont disposés sur la surface.
- **Fleurs** :
 - Les fleurs sont unisexuées, très petites et regroupées.
 - Le type d'inflorescence (regroupement de fleurs) est la grappe [29].

I.2.8.3. Dénomination de l'ortie

Nom vernaculaire arabe : Plusieurs appellations en arabe ont été citées par Beloued (2001) dont parmi : Horaig, Bent en nar, Bou zegdouf.

Nom vernaculaire français : Ortie se disait *Urtica* en latin, mot venant lui-même du verbe *urere* signifiant le verbe brûler faisant allusion aux piqûres brûlantes des poils (Beloued, 2001).

Le nom d'espèce *dioica*, dioïque en français concerne un végétal dont les fleurs mâles et femelles sont portées par des pieds différents (Valnet, 1992 ; Bertrand, 2008).

Ortie dioïque, grande ortie (ortie commune, ortie vivace, ortie majeur, ortie féminine ou ortie femelle, ortie de grain, ortie à tige rouge) (Bertrand, 2008 ; Fleurty, 2008).

I.2.8.4. Composition chimique de la fibre d'ortie

La composition chimique de la fibre d'ortie est indiquée dans le tableau I.3. D'après le tableau I.3, on remarque que la fibre d'ortie est constituée d'un pourcentage important en cellulose (85,93%) ce qui justifié sa nature hydrophile et sa solidité

Tableau I.3 : Composition chimique de la fibre d'ortie [30].

Composant	Gamme de composition (% en poids)
Cellulose	85,93
Hémicellulose	06,80
Lignine	07,19
Cires	00,08

I.2.8.5. Morphologie de la fibre d'ortie par microscopie électronique à balayage (MEB)

Bodros et al. [31] ont étudié la morphologie des fibres d'ortie par microscopie électronique à balayage. Les fibres d'ortie présentent une section polygonale, elles sont assemblées en paquets à l'extérieur des tiges. Le diamètre moyen équivalent (en considérant la section des fibres circulaire) est de $19,9 \mu\text{m}$ ($\pm 4,4$).

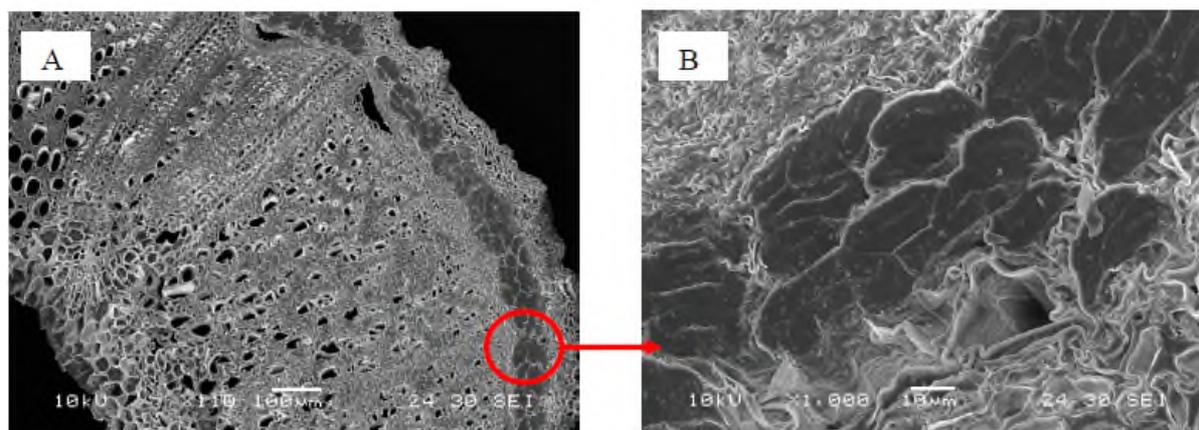


Figure I.14: Clichés MEB de Faisceau de fibres d'ortie dans une tige.

I.2.8.6. Applications de l'ortie

L'ortie a une grande variété d'applications, y compris le textile et l'industrie, L'écorce de l'ortie contient des fibres aux qualités uniques, force, douceur et légèreté. Des molécules extraites de l'ortie entrent dans la composition de plusieurs shampoings antipelliculaires ou contre les cheveux gras. On utilise aussi sa chlorophylle dans certains dentifrices.

On peut extraire des fibres à partir de la tige. Il est possible d'en faire des tissus, des sacs...etc[29].

I.2.8.7. Vertus de l'ortie

L'ortie (*Urtica dioica*) est connue depuis longtemps pour ses vertus médicinales et apaisantes. Déjà au moyen âge, on l'utilisait contre les hémorragies et les rhumatismes.

Elle est un remède traditionnel utilisé depuis des années contre l'anémie et le manque d'énergie: on dit que c'est un excellent fortifiant grâce à sa haute teneur en fer et autres minéraux. On dit aussi qu'elle stimule les fonctions digestives (lourdeurs et crampes d'estomac). La tisane d'ortie est toujours proposée par les phytothérapeutes comme remède traditionnel pour la goutte et les rhumatismes.

Ce qui est étonnant c'est que l'intégralité de la plante peut être utilisée [29].

Chapitre II

Etat de l'art : Biocomposites à base de fibres végétales

II.1. Définitions

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux de natures et de miscibilités différentes. Chaque composite est composé d'une matrice et d'un renfort. Le renfort constitue le squelette et supporte l'ensemble des contraintes du composite. Les renforts peuvent être de quatre sortes [32-34] :

- Renfort organique (ex : fibres d'aramide)
- Renfort minéral (ex : fibres de carbone)
- Renfort métallique (ex : fibres de bore)
- Renfort "vert" (ex : fibres d'ortie, fibres de lin, fibres de chanvre)

Un biocomposite est un composite qui possède soit une matrice biosourcée, soit des renforts naturels, soit les deux. Il est soit appelé "biocomposite vert" si la matrice ou le renfort est d'origine biosourcé, soit "biocomposite vert-vert" si les deux matériaux sont biosourcés.

La matrice garantit la liaison de l'ensemble, protège le renfort et répartit les efforts. Les matrices peuvent être soit de type époxy, polyester, phénolique. L'intérêt d'un composite est la combinaison de plusieurs propriétés. En effet, chaque matériau utilisé possède certaines propriétés et l'assemblage de plusieurs matériaux permet d'augmenter la diversité des propriétés du composite (mécaniques, thermiques et chimiques). La figure II.1 présente une classification schématique des matériaux composites.

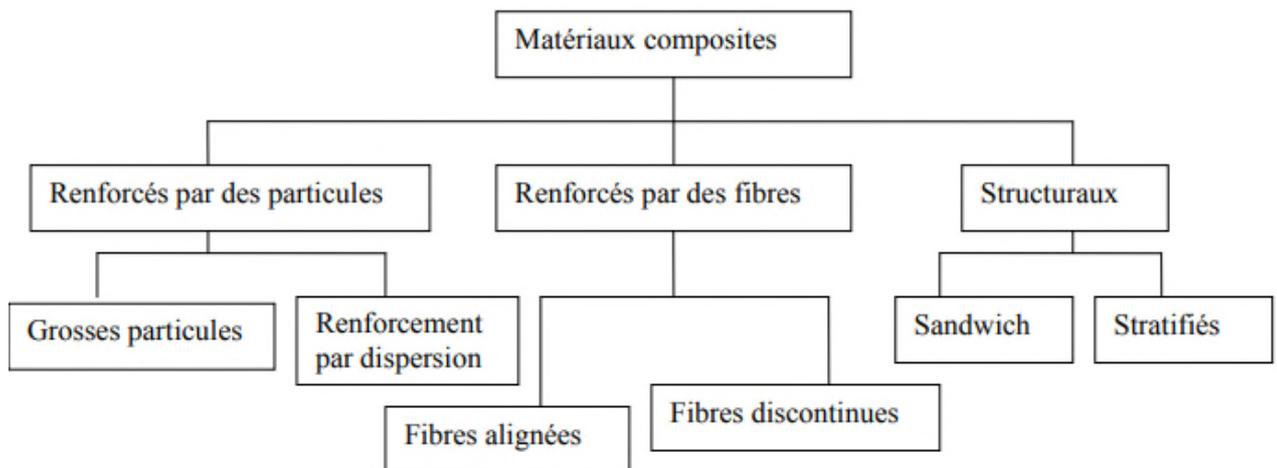


Figure II.1: Classification schématique des différents types de composites.

Par ailleurs, les biocomposites sont des matériaux composites dont l'une des parties au moins, renfort ou matrice, est issue de ressources renouvelables. Nous nous intéressons dans ce mémoire aux biocomposites "vert-vert", autrement dit dont la composition à matrice et renforts biosourcés : une matrice en biopolymère et un renfort en fibres naturelle végétale [35].

II.2. Procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales

Les procédés de mise en œuvre des composites à renfort végétales sont en général analogues à ceux utilisés pour les matériaux composites traditionnels. Il existe différents types de procédés conduisant à des pièces composites présentant des performances mécaniques variées et fabriquées à différentes cadences de production [36-37].

Selon le procédé de mise en œuvre choisie, qui est largement déterminée selon la nature du polymère, sa viscosité et les contraintes thermiques et mécaniques. La faible stabilité thermique des fibres naturelles aux températures de mise en forme des polymères demande une attention particulière. Les fibres végétales sont particulièrement sensibles à la température mais aussi aux temps auxquelles les matériaux sont soumis. Il existe plusieurs procédés pour élaborer et mettre en forme les composites qui sont : l'extrusion, très utilisée avec les thermoplastiques ; l'imprégnation, utilisée souvent avec les tissus et les fils ; le dépôt pour les composites en sandwichs. Les procédés de mise en œuvre des composites sont souvent suivis d'un moulage qui détermine les formes du matériau composite. Pour les biocomposites, les techniques de transformation les plus utilisées sont l'extrusion mono ou bivis, le mélangeur interne, la compression et le moulage par injection

L'usage de fibres végétales pour les biocomposites se compose de deux étapes : le compoundage de la fibre avec le polymère dans un premier temps, puis l'étape de mise en forme du composite proprement dit par injection ou par extrusion dans un second temps. Les techniques de mise en œuvre des composites à fibres permettent des cadences de production très élevées grâce à des temps de cycle courts et une automatisation des procédés.

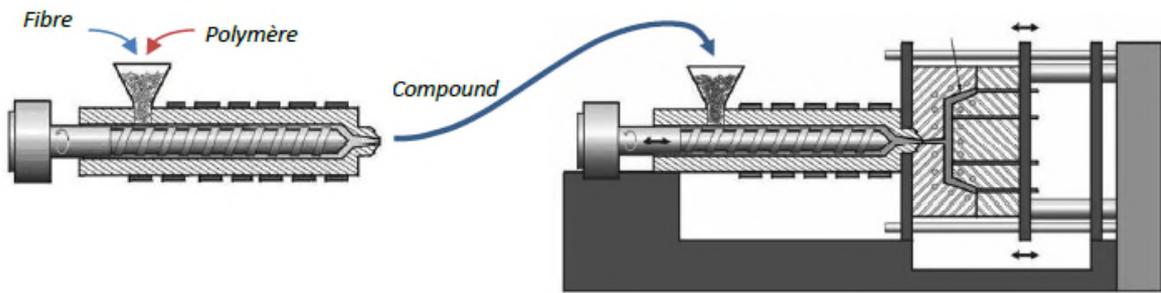


Figure II.2 : Étape de compoundage de la fibre et du polymère puis injection du compound dans un moule.

Le compoundage permet d'obtenir un semi-produit le plus homogène possible, l'introduction de la matrice et des fibres peut se faire dans la même trémie ou séparément. La matrice est généralement introduite en début de vis pour permettre une fusion optimale, les fibres étant ensuite ajoutées au même niveau ou en plusieurs points répartis sur la longueur de la vis pour permettre d'atteindre des taux volumiques plus élevés et limiter leur dégradation. La vis amène ensuite la matière homogénéisée à travers la filière, cette dernière pouvant avoir un profil précis (extrusion), ou alors de forme cylindrique afin de fabriquer des joncs qui seront ensuite granulés. Les principaux réglages d'un procédé de compoundage sont la température du fourreau et de la filière, ainsi que la vitesse de rotation de la vis et du banc de tirage qui permet d'ajuster les sections des pièces formées.

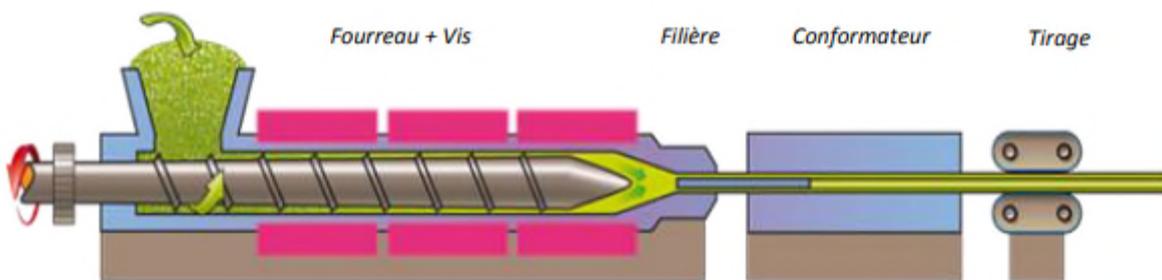


Figure II.3 : Schéma de principe d'une ligne de compoundage-extrusion.

L'injection fait partie des procédés à grande cadence, dans le milieu de plasturgie et des composites. La matière est introduite tout d'abord dans la trémie puis fondue dans la vis thermo-régulée. Ensuite lorsqu'une certaine quantité de matière fondue arrive en bout de vis, la rotation de la vis est arrêtée puis cette dernière va pousser et injecter la matière fondue dans un moule par la buse d'injection. Enfin, une fois la pièce injectée refroidie, le moule est ouvert puis la pièce injectée.

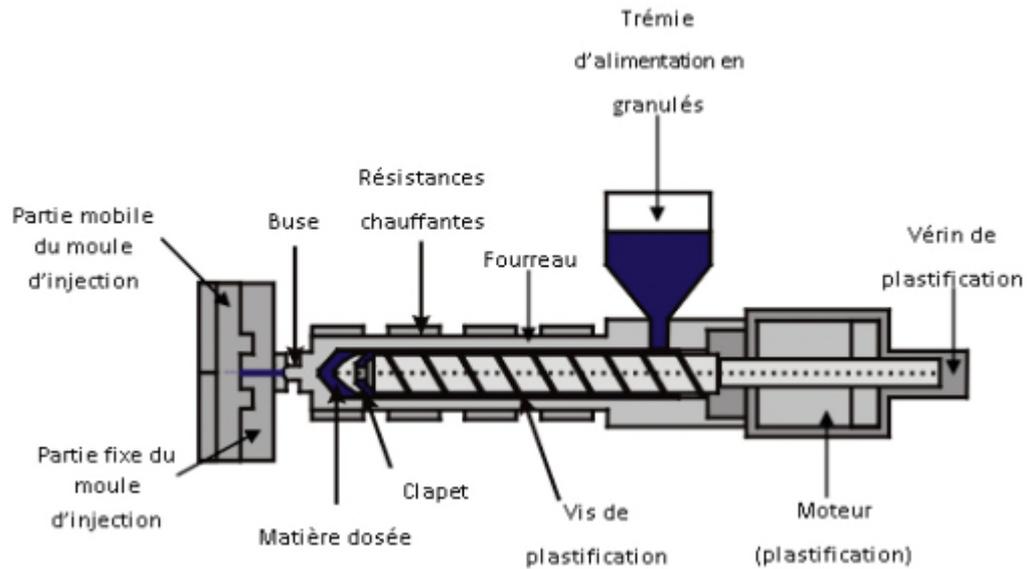


Figure II.4: Schéma d'une presse à injecter

II.3. Interface fibres végétales/matrice

Le principal verrou à l'utilisation des fibres végétales dans les applications composites est leur faible interface fibres/matrice qui est due à la nature hydrophile et polaire intrinsèque des fibres végétales. Ainsi, elles ne sont pas ou peu compatibles avec la plupart des matrices polymères (qui sont apolaires). L'amélioration de la compatibilité fibre/matrice fait l'objet d'une littérature prolifique. Diverses stratégies de traitement des fibres ou de la matrice par des voies chimiques ou physiques sont développées [38-40]. Concernant le traitement des fibres naturelles, la présence de groupes hydroxyles (OH) à leur surface constitue un site réactif d'intérêt pour différents types de réactions. Ainsi, partant de ce principe, il existe des traitements modifiant la structure interne de la fibre, des traitements améliorant l'hydrophobie et des traitements introduisant des agents de couplage en surface. Ceux-ci ont pour objectifs d'améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité des biocomposites. Concernant l'amélioration de l'hydrophobie, l'acétylation est une solution qui consiste à remplacer les groupements hydroxyles (OH) par des groupements acétyles (CH_3COO). Les agents de couplage sont également une voie très étudiée et consistent à créer des greffages entre fibres et matrice. L'interface fibre/matrice est une zone d'interactions physico-chimiques entre les fibres et la matrice qui influe sur les propriétés mécaniques des matériaux composites. La bonne dispersion des fibres au sein de la matrice est un premier élément important pour l'obtention d'un matériau homogène. Par ailleurs, la qualité de l'adhésion fibre/matrice doit être contrôlée car de cette dernière dépend la gestion des contraintes au sein

du matériau et donc ses performances mécaniques. En effet, il est essentiel que l'adhésion fibre/matrice soit bonne pour que la matrice puisse transmettre efficacement les contraintes qu'elle subit au renfort. Classiquement la qualité de l'adhésion fibre/matrice est contrôlée par microscopie. En observant les zones de fractures des composites, il est possible d'évaluer l'interface fibre/matrice en fonction du profil observé. Les clichés présentés en figure II.5 sont obtenus pour deux matériaux composites avec une bonne et mauvaise interface.

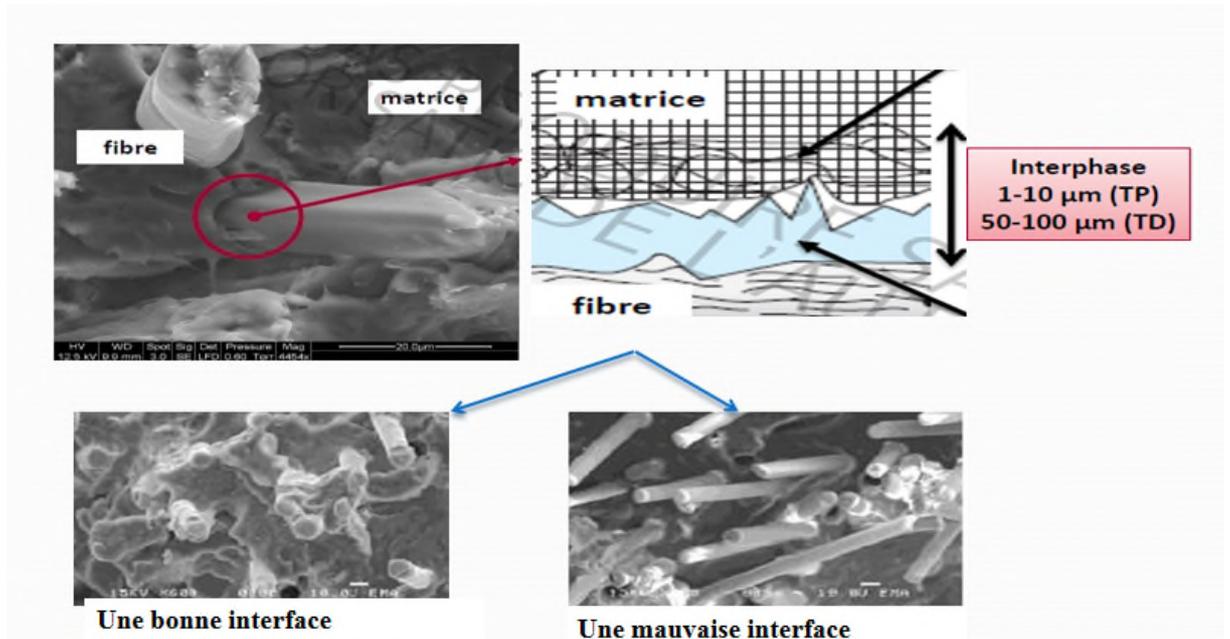


Figure II.5: Interface fibre/matrice dans un composite.

II.4. Influence de la taille des fibres

La taille de renforts influence les propriétés des matériaux composites. González et al. [10], ont mené une étude sur l'influence de la taille des fibres de bambou sur les propriétés des composites à matrice PLA (polyacide lactique). Le module élastique et la résistance en traction sont légèrement supérieurs pour les composites renforcés par les fibres de taille comprise entre 0,15 et 0,5 mm. La déformation à rupture est identique pour les composites avec des fibres de taille comprise entre 0,15 et 0,5 mm et ceux avec fibres de taille variant entre 0,5 et 1 mm. Par contre, la résistance à l'impact et la reprise en eau sont plus élevées pour les composites à fibres de taille entre 0,5 et 1 mm [41].

II.5. Influence du taux de renfort

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage.

Klason et al.[42] ont observé, qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres ligno-cellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygrosopique et putrescible.

II.6. Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico-mécaniques du composite. En effet les particules ou renforts ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des défauts. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des axes forts, pour le matériau, selon lesquels les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre).

Klason et al. [42] ont étudié à l'aide de deux extrudeuses le rôle de la dispersion des renforts (farines, fibres). Les deux types de mélanges ont été réalisés afin de déterminer l'importance du ratio géométrique et de l'homogénéisation du mélange. Les résultats montrent que l'amélioration du processus de mélange permet une augmentation du module d'élasticité et de l'élongation à la rupture supérieure à 10%.

II.7. Influence de l'humidité

Le séchage des fibres végétales avant renforcement est une opération importante car l'eau présente à la surface de la fibre agit comme un agent de détérioration de l'adhérence à l'interface fibre/matrice. Cet aspect est d'autant plus important que des vides ou pores naissent dans la matrice pendant la polymérisation. La plupart des résines thermodurcissables ont une température de polymérisation supérieure à 100 °C, celles des thermoplastiques se situent bien au-dessus de la température de vaporisation de l'eau.

Pour les composites jute/époxyde par exemple, la résistance à la traction des fibres préalablement séchées à 1% d'humidité augmente d'environ 10% comparée à celle des fibres faiblement séchées à 10% (poids) d'humidité.

II.8. Techniques de caractérisation des biocomposites

D'après nos recherches bibliographiques, il existe différents techniques de caractérisation des propriétés de matériaux biocomposites [43-46].

Les techniques microscopiques nous renseignent sur la nature physique de l'adhésion. Ils'agit, pour partie, d'imagerie de l'interface (MEB, microscopie par fluorescence ou optique, microscopie à force atomique AFM). La microscopie électronique est suffisamment puissante pour permettre une observation détaillée des fibres, de leur surface, de leur paroi, ainsi que de la morphologie de l'interface avec une très grande résolution.



Figure II.6: MEB modèle Joël JSM-6031.

D'autres techniques de caractérisation peuvent être utilisées pour évaluer les propriétés d'interfaces. Par exemple, les techniques spectroscopiques (spectroscopie de photoélectrons X) donnent davantage d'informations sur la nature ou la composition chimique à l'interface. En outre, la caractérisation des liaisons à l'interface peut aussi s'effectuer via des techniques plus spécifiques comme la mesure de l'angle de contact. Dans ce cas particulier, il s'agit de techniques de caractérisation de surface, pas d'interface.

En fin, les analyses mécaniques (essais de traction, flexion, choc, etc.), thermiques (DSC, ATG), thermomécaniques (DMA) et mesures rhéologiques sont aussi précieuses en ce qui concerne l'évaluation des performances de biocomposites et pour donner des informations qualitatives sur des phénomènes d'interface.



Figure II.7 : Image du DMA de type TA Instruments DMA2980 (a) et Calorimètre différentiel à balayage (DSC) 822 METTLER (b).

II.9. Domaine d'application des biocomposites à fibres végétales

Les biocomposites présentent de nombreux avantages faisant d'eux des matériaux innovants de choix. En effet, au de-là de leur caractères bio-sourcés et biodégradables, leur légèreté, faible coût de production ainsi que leurs propriétés mécaniques modulables leur permettent de conquérir plusieurs secteurs d'application. Le bâtiment, le biomédical, l'automobile ou encore l'industrie de l'emballage en sont des exemples (figure II. 8) [32-34].

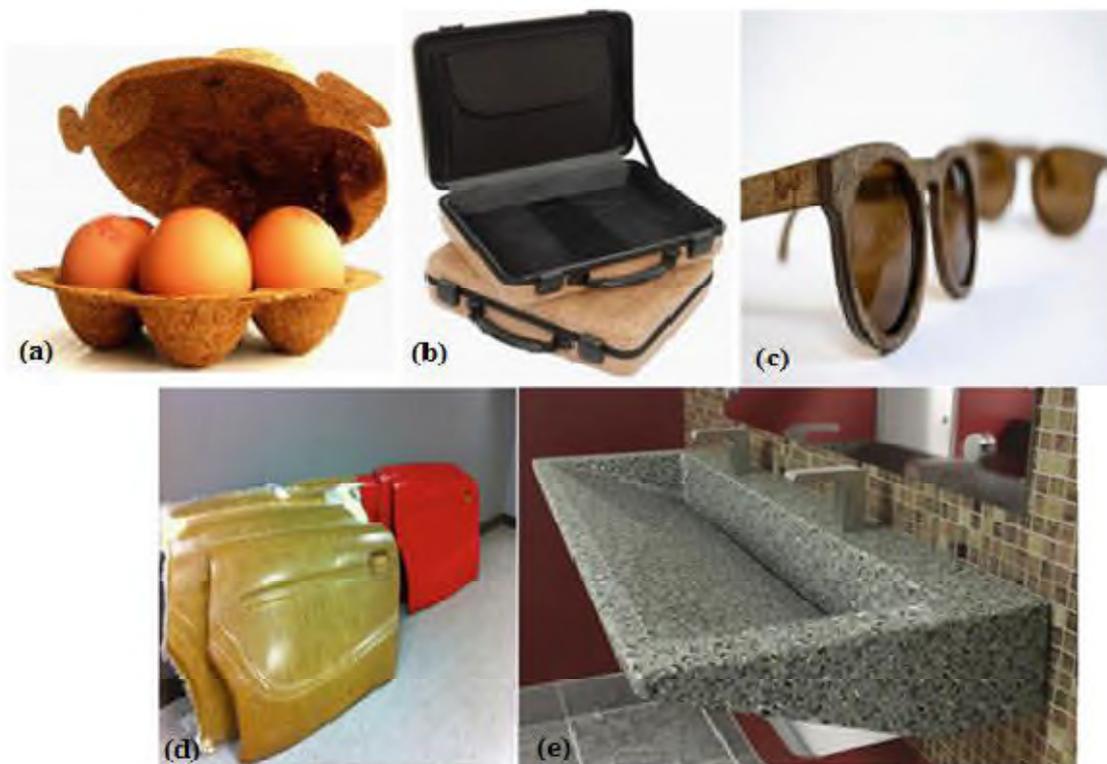


Figure II. 8 : Exemples d'applications des biocomposites, (a) : emballage alimentaire, (b) : valise, (c) : lunettes, (d) : panneaux de portières de voitures, (e) : lavabo.

II.10. Propriétés des biocomposites à matrice PLA et fibres végétales

L'addition des fibres végétales à une matrice PLA affecte significativement les diverses propriétés physiques des matériaux biocomposites. La plupart des recherches dans la littérature s'intéressent à l'étude des performances mécaniques, la stabilité thermique, la cristallinité et les propriétés rhéologiques.

II.10.1. Propriétés mécaniques

Oksman et al. [54] ont étudié l'effet de l'ajout des fibres de lin dans le PLA. Une extrudeuse baxis a été utilisée pour disperser les mélanges contenant jusqu'au 40% en masse de fibres suivi par une opération de mise en forme à l'aide du moulage par compression. Les auteurs ont démontré que la rigidité en flexion du PLA a augmenté de 3,4 à 8,4 GPa avec l'ajout de 30 (% m) de fibres de lin (figure II.9). Le composite de PLA/fibres de lin possède une résistance à la traction 50% plus élevée que celle des composites de polypropylène/fibres de lin qui sont habituellement employés dans plusieurs applications industrielles tel que l'industrie automobile. L'étude au MEB a démontré une bonne dispersion et orientation des fibres de lin dans la matrice PLA ce qui explique l'amélioration des propriétés mécaniques. Mais, l'adhésion inter-faciale fibre/polymère n'était pas excellente et doit être améliorée afin d'optimiser les propriétés mécaniques des biocomposites.

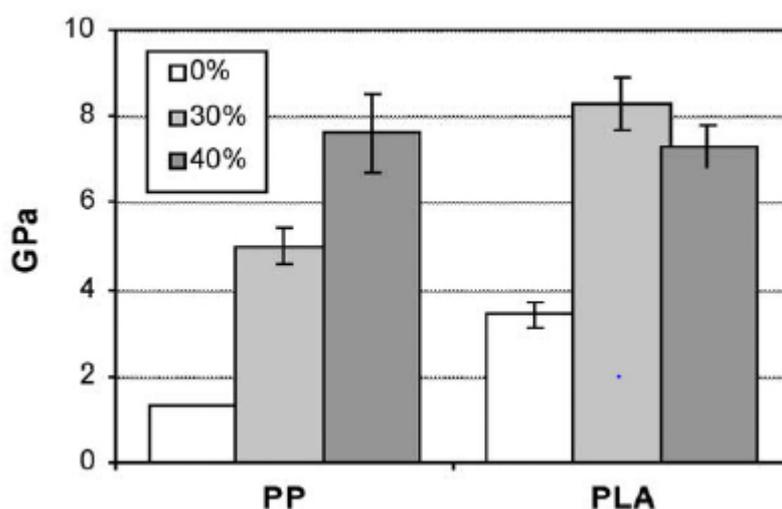


Figure II.9 : Modules de traction des composites PLA/lin par rapport au PP/lin [54].

A.K. Bledzki et al [55] se sont proposé dans leur article de suivre les propriétés mécaniques de biocomposites élaborés à base de PLA renforcées de fibres de cellulose, de jute et d'abaca dans les deux cas. Ils ont comparé leurs résultats avec ceux obtenus pour un biocomposite à base de PHBV et PP renforcé aux mêmes fibres.

L'évaluation de leurs performances s'est faite par des tests de traction et de choc. Les biocomposites à base de PLA et de PHBV ont présenté des performances similaires à celles du biocomposite à base de PP. En effet, les résistances à la traction et au choc ont été améliorées de plus 50% et 250% respectivement. Les fibres de cellulose ont apporté le meilleur renfort comparées aux autres fibres.

II.10.2. Propriétés thermiques

Pan et al. [56] ont étudié l'effet de l'ajout des fibres courtes de kénaf à des teneurs de 0, 10, 20, et 30% en masse à une matrice biopolyester poly-L-lactide (PLLA). Les propriétés thermiques des biocomposites ont été examinées par différents techniques (DSC, ATG et microscopie optique à lumière polarisée). L'étude de la cristallisation isotherme en DSC a démontré que la température de transition vitreuse (T_g) ne change pas après l'ajout des fibres de kénaf mais que la température de fusion (T_f) augmente légèrement et que la température de cristallisation (T_c) augmente significativement avec l'augmentation du taux de fibres dans le composite. Le taux de cristallisation est supérieur à celui de la matrice pure. Pour la cinétique de cristallisation isotherme, les auteurs ont montré que le temps de demi-cristallisation diminue significativement en présence des fibres. En effet, avec l'ajout de 30% de fibres de kénaf, les temps de demi-cristallisation isotherme à 120°C et 140°C diminuent respectivement de 46,5% et 28,1% par rapport au PLLA pur. Par microscopie optique à lumière polarisée, les auteurs ont confirmé que l'ajout de fibres naturelles augmente la densité de nucléation et diminue considérablement la taille des sphérolites, ce qui prouve que les fibres de kénaf ont un fort effet nucléant sur la matrice PLLA. En ce qui concerne, l'étude de la stabilité thermique par ATG, les auteurs ont montré que la stabilité thermique des biocomposites diminue en comparaison avec le PLLA pur d'autant plus que la teneur en fibres contenue dans le matériau composite augmente.

Tableau II.2: Propriétés thermiques des biocomposites à base de PLLA/kénaf [56].

Echantillons	Tg(°C)	Tc(°C)	ΔH_c (J/g PLLA)	Tm(°C)	ΔH_m (J/g PLLA)	Xc(%)
PLLA	58,4	97,7	-16,6	169,6	43,1	53,0
PLLA/KF (90/10)	58,2	101,4	-37,5	170,2	47,2	58,1
PLLA/KF (80/20)	58,3	102,6	-38,5	170,3	46,3	56,9
PLLA/KF (70/30)	58,5	103,2	-36,9	170,6	44,5	54,27

Les auteurs ont également montré par ATG que la stabilité thermique des biocomposites diminue en comparaison avec le PLA d'autant plus que la teneur en fibres contenue dans le matériau biocomposite augmente. Par contre, la quantité de résidu augmente avec l'augmentation de la teneur en fibres (figure II.10).

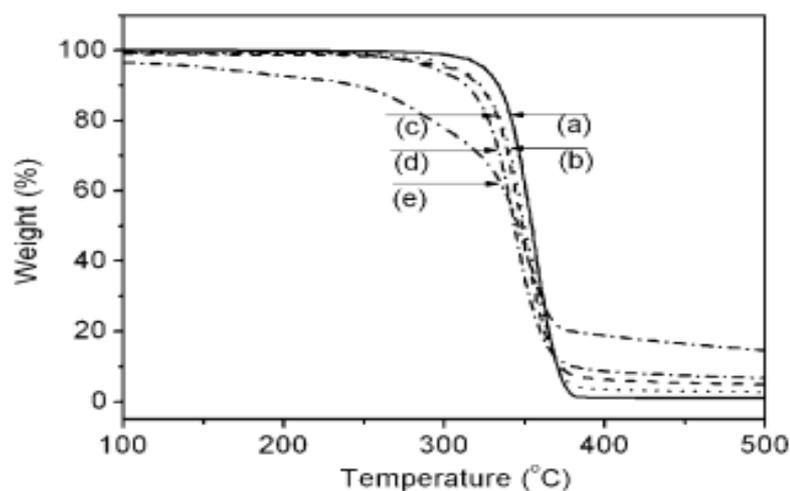


Figure II.10: Thermogrammes ATG :(a) PLLA, (b) PLLA/KF (90/10), (c) PLLA/KF (80/20), (d) PLLA/KF (70/30), and (e) KF [56].

II.10.3. Propriétés rhéologiques

Mittal et al. [57] ont examiné les propriétés rhéologiques des biocomposites à base de farine de noyaux de dates et PLA à l'aide d'un rhéomètre AR 2000 (TA Instruments). Il a été démontré d'une part, que le comportement rhéologique des biocomposites étudiés est dominé par un comportement visqueux et d'autre part que le module de conservation et celui de perte

augmentent en fonction du taux de charges présent dans le mélanges en passant de 0 à 40 % m (figure II.11). Dans les cas des biocomposites à base PLA et à des taux de charges élevés (30 et 40%) ces modules sont significativement plus importants pour que les autres mélanges. Les auteurs ont expliqué ce phénomène par la présence d'agrégats de charges, ce qui a été confirmé par les clichés du MET ainsi que par l'absence d'interactions entre la matrice PLA et la farine de noyaux de dates.

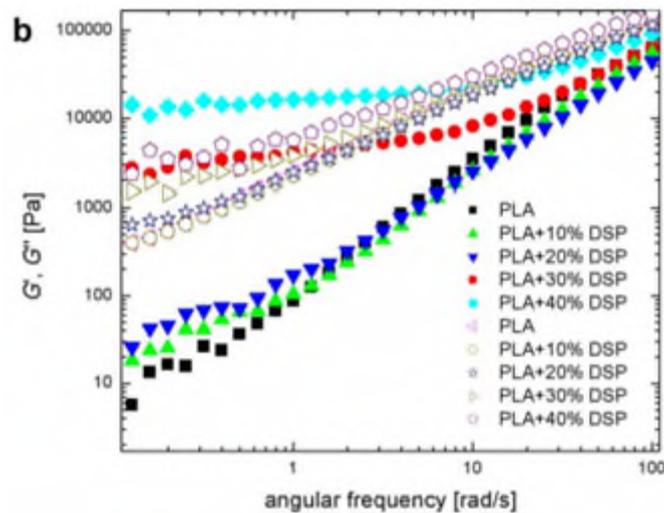


Figure II.11 : Evolution du module élastique (G') et module visqueux (G'') des biocomposites PLA/fibres en fonction de la fréquence [57].

Gaudin et al.[58] ont également étudié les propriétés rhéologiques des biocomposites à base de PLA et des farines de bois. Les auteurs ont mis en évidence, grâce à la caractérisation rhéologique, le caractère renforçant de ces charges en comparant la réponse viscoélastique des biocomposites à celle de la matrice pure, une différence de plus d'une décade sépare leurs modules de conservation (figure II.12).

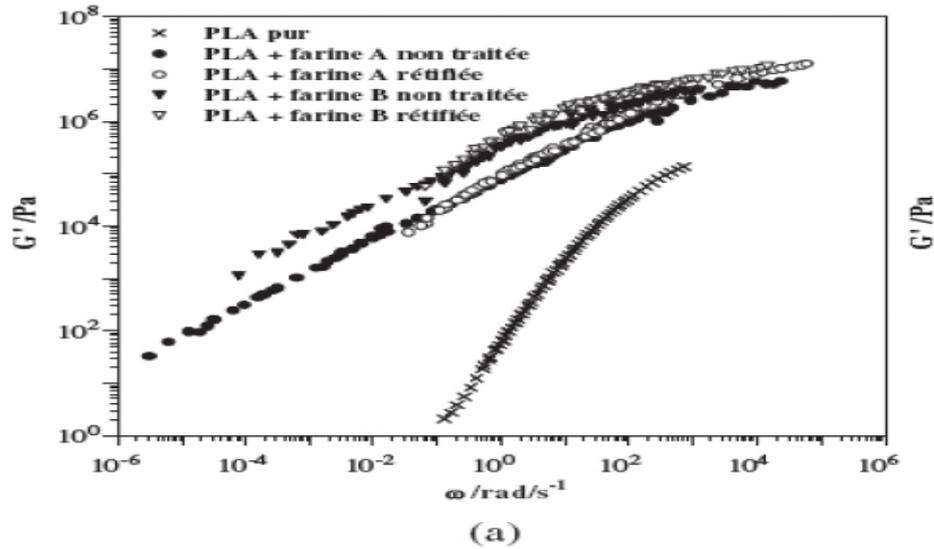


Figure II.12 : Comparaison des courbes maîtresses des matrices avec celles des mélanges pour une température de référence : (a) 180 °C pour le PLA [58].

II.11. Propriétés mécaniques des fibres d'orties

Le tableau II.1 présente les propriétés mécaniques en traction de différentes fibres végétales (Ortie, chanvre et lin) ainsi que celles des fibres de verre E (renfort couramment utilisé pour le renforcement de matériaux composites courants). Le tableau II.1 illustre le diamètre moyen des fibres végétales qui varie entre 15 et 20 μm . La densité d'une fibre végétale est d'environ 1,5 et celle d'une fibre de verre de 2,54. Ce qui illustrera l'intérêt des fibres végétales pour l'optimisation de la masse des pièces composites. Les fibres d'ortie présentent de bonnes propriétés mécaniques. Les propriétés mécaniques moyennes des fibres d'orties sont : module d'Young de 87 GPa, une contrainte à la rupture de 1594 MPa et un allongement à la rupture de 2,11%. La rigidité des fibres d'ortie est supérieure à celle du verre, justifiant leur usage pour des applications structurales.

Tableau II.1 : Propriétés mécaniques moyennes en traction de fibres végétales (ortie, lin, chanvre) ainsi que celles des fibres de verre E [47-53].

	variété	\varnothing (μm)	E(MPa)	σ (MPa)	ϵ (%)	Référence
Lin	Ariane	17,8 ($\pm 5,2$)	58,6 ($\pm 14,2$)	1496 (± 325)	3,4 ($\pm 1,0$)	(Baley, 2002)
Lin	Hermes	15,7 ($\pm 3,9$)	76,7 ($\pm 40,8$)	1795 (± 1127)	2,0 ($\pm 0,7$)	(Charlet et al, 2007)
Lin	Agatha	13,6	71,0 (± 25)	1381 (± 419)	2,1 ($\pm 0,8$)	(Charlet et al, 2009)
Lin	Electra	15,4 ($\pm 4,9$)	55,3 ($\pm 25,7$)	934 (± 593)	2,0 ($\pm 0,5$)	(Bourmaud et al, 2010)
Chanvre	Fedora 17	17,7 ($\pm 7,6$)	44,5 ($\pm 19,1$)	788 (± 307)	1,8 ($\pm 0,7$)	(Bourmaud et al, 2009)
Chanvre	Fedora 17	17,1 ($\pm 4,5$)	19,6 ($\pm 14,8$)	482 (± 337)	3 ($\pm 1,5$)	(Duval et al, 2010)
Ortie	Urtica Doica	19,9 ($\pm 4,4$)	87 (± 28)	1594 (± 640)	2,11 ($\pm 0,81$)	(Bodros et al, 2008)
Verre	E	15-20	72	2200	3	

II.12. Rappels bibliographiques sur les biocomposites à base de PLA et fibres d'ortie

En 2017, Navdeep Kumar et al. [59] ont étudié les propriétés des biocomposites à base de PLA/fibres d'Ortie en fonction du taux de charges (0, 10, 25, et 50% en masse). D'après les auteurs, le module de Young, le module de flexion et la résistance au choc des biocomposites PLA/fibres d'ortie augmentent en fonction du taux de charges présent dans les biocomposites en passant de 0 à 50 % m (Tableau II.2). L'ajout de 50% en poids de fibres d'ortie au PLA a engendré une amélioration remarquable du module de Young de 2,21 à 3,34 GPa. D'autre part, la force d'impact de PLA passe de 1,95 à 28.76 KJ/m² en présence de 50 % en masse de fibres. Ceci suggère que l'addition de fibres d'ortie a provoqué une nette amélioration de la rigidité des biocomposites.

Tableau II.2 : Propriétés mécaniques des biocomposites PLA/fibres d'Ortie [59].

Pourcentage en poids de fibres d'ortie et de PLA	Densité Kg /m ³	Résistance à la traction MPa	Allongement à la rupture %	Module de Young GPa	Résistance à la traction MPa	Résistance aux chocs KJ/m ²
0 : 100	1066,84±15,17	2,21±1,03	0,83±0,21	2,21±1,89	10,51±1,89	1,95±0,02
10 : 90	1046,79±17,23	15,54±0,45	1,42±0,06	2,37±0,05	30,42±1,70	4,54±0,16
25 : 75	1036,72±19,21	36,70±1,30	1,80±0,08	3,11±0,05	34,70±0,93	16,54±0,42
50 : 50	825,59±12,79	50,82±0,82	2,45±0,10	3,34±0,04	36,89±0,98	28,76±0,77

De plus, les auteurs ont étudié la stabilité thermique des biocomposites PLA/fibres d'ortie. Les courbes ATG illustrant les changements de perte de masse des biocomposites en fonction du taux de charges sont représentées sur la figure II.13. D'après les thermogrammes ATG, la stabilité thermique des biocomposites augmente avec l'augmentation de la teneur des fibres d'ortie. En outre, toutes les courbes thermogravimétriques ont commencé avec une

petite perte de poids indiquant évaporation de l'humidité absorbée, suivie d'une décomposition en une seule étape entraînant une grande perte de poids. La perte de poids initiale s'est avérée plus faible avec le PLA et il a augmenté avec l'augmentation de la teneur en fibres d'ortie dans les biocomposites. Les auteurs ont expliqué ce résultat comme suit, étant une fibre naturelle, l'ortie absorbe d'humidité plus que le PLA. Ainsi, les biocomposites préparés avec une teneur élevée en fibres d'ortie devraient entraîner une perte de masse plus élevée. Les températures du début de décomposition sont obtenues à 313, 315, 322, 325, 327 et 329°C pour les échantillons préparés avec 0,10, 25, 50,75 et 90% en masse de fibres d'ortie, respectivement. Cela indique que, la décomposition initiale dans les biocomposites a eu lieu à une température plus élevée que celle qui s'est produite dans le PLA. De plus, la gamme de températures de décomposition est élargie en présence de fibres d'ortie dans le PLA, ce qui confirme que la dégradation est ralentie. L'ajout de fibres d'ortie décale la température de décomposition vers les grandes valeurs pour les biocomposites PLA/fibres d'ortie. Enfin, il doit être noté qu'une petite quantité de cendre est formée. La quantité de résidu augmente avec l'augmentation de la teneur en fibres d'ortie correspond à la teneur de la lignine de fibres.

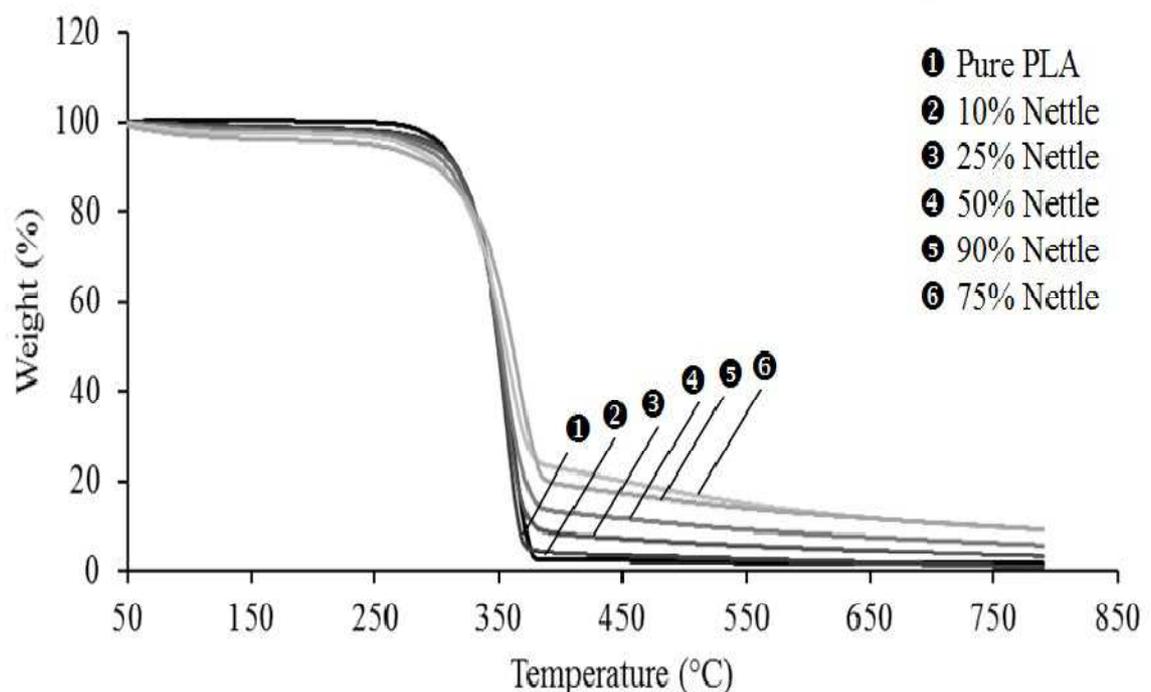


Figure II.13: Thermogrammes ATG des biocomposites PLA-Fibres d'Ortie [59].

L'analyse thermomécanique dynamique (DMA) est une technique permettant d'étudier les propriétés viscoélastiques des polymères selon la température. La Figure II.14 montre l'évolution du module de conservation dynamique du PLA et des biocomposites PLA/fibres d'ortie en fonction de la température.

Les courbes viscoélastiques montrent différentes zones de relaxation qui sont associées à des transitions calorimétriques avec l'augmentation de la température. Comme le montre la Figure II.14, le module de conservation du PLA est presque constant au-dessous de 60°C, qui correspond à la température de transition vitreuse du PLA. A la T_g du PLA, il ya une forte diminution du module de conservation, ce qui est un comportement attendu pour un polymère amorphe. Les biocomposites PLA/fibres d'ortie montrent un module de conservation plus élevé aux températures inférieures à la transition vitreuse du alors que les courbes du module de conservation diminuent progressivement au-delà de 70°C. Cette température est associée à la transition vitreuse de biocomposite, indiquant une augmentation de la température de transition vitreuse du PLA en présence des fibres d'ortie. Au-dessous de la T_g , les biocomposites préparés avec 25 et 50% en fibres d'ortie possèdent un module de conservation supérieur à celui du PLA.

A la température ambiante, le module de conservation de PLA est d'environ 2,4 GPa. Il est intéressant de noter que l'ajout de 50% en poids de fibres d'ortie au PLA a eu pour résultat une amélioration remarquable du module de stockage de 2,4 à 4,1 GPa.

On note également qu'au-dessus de la T_g , tous les biocomposites préparés possèdent un module de conservation supérieur à celui du PLA (figure II.14).

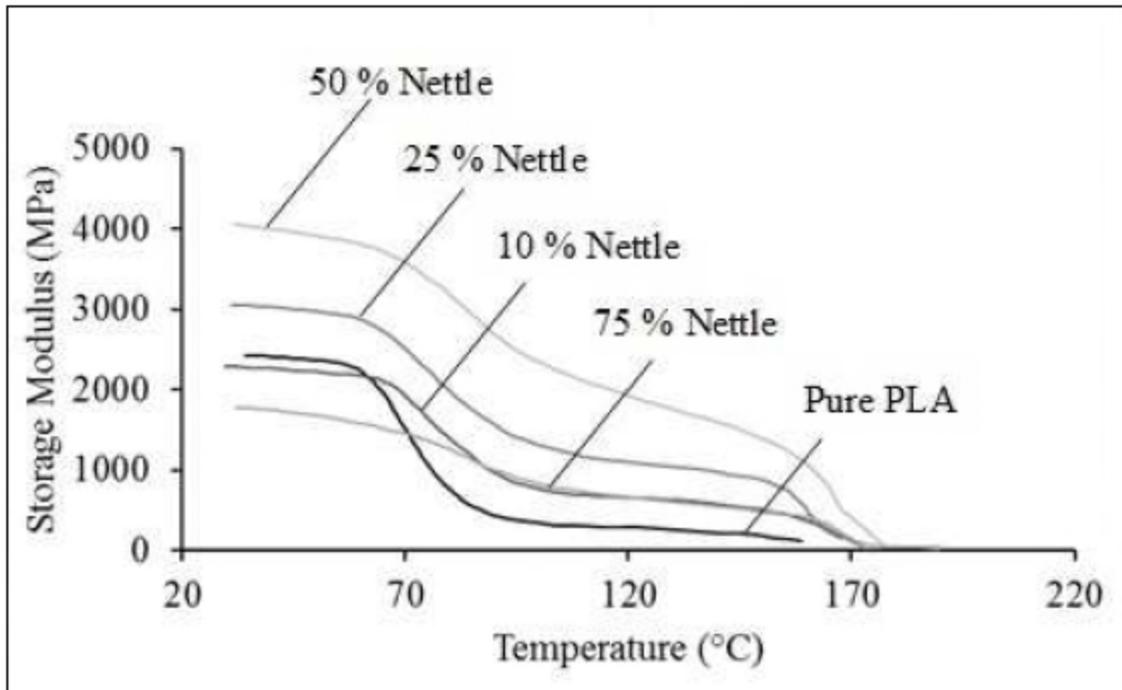


Figure II.14: Evolution du module de stockage des biocomposites et du poly (acide lactique) vierge à différentes températures [59].

La figure II.15 montre une série d'images MEB de biocomposites PLA/fibres d'ortie fracturés dans de l'azote liquide. On constate d'après les clichés MEB une homogénéité de répartition des fibres dans la matrice PLA à 10, 25 et 50% en masse de fibres d'ortie. Ce qui suggère meilleure adhésion fibre/matrice. Toutefois, au-delà de 50% en poids de fibres d'ortie, l'agglomération des fibres devient plus importante. Cela peut engendrer une diminution des performances du matériau.

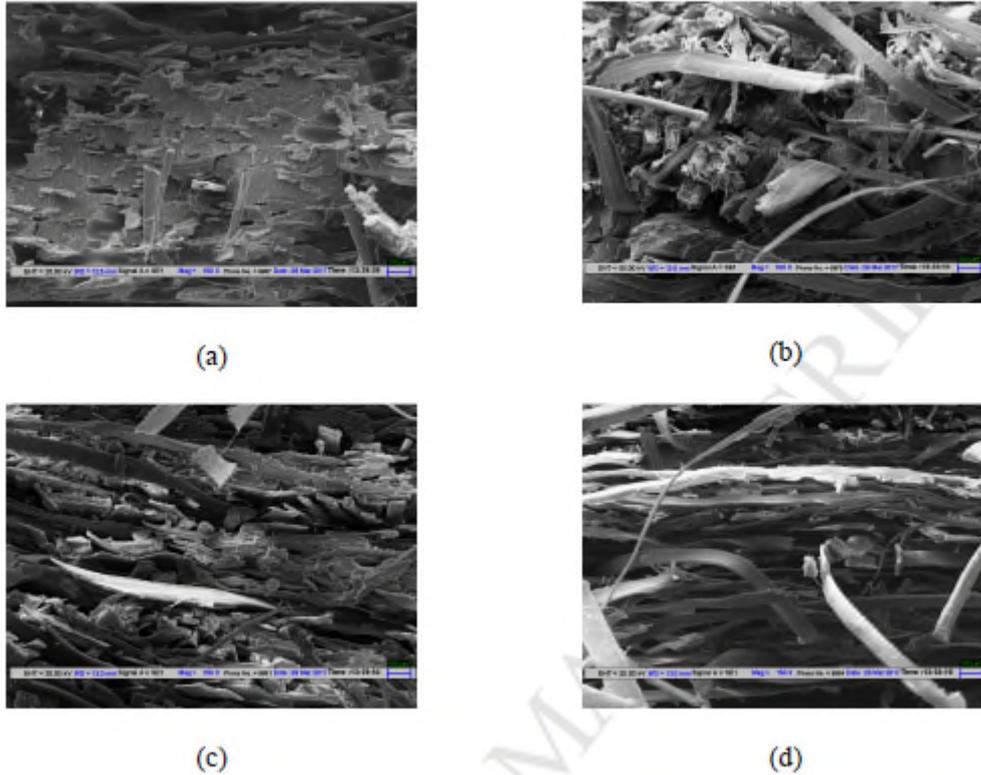


Figure II.15: Micrographies MEB des biocomposites PLA/fibres d'ortie: (a) 10 %, (b) 25 % (c) 50% and (d) 75 % en masse de fibres d'orties.

Pokhriyal et al. [60] ont rapporté une étude sur les propriétés des biocomposites Polyester/fibres Ortie en fonction de taux de charges (0, 5, 10,15 et 20%).Des tests d'absorption d'eau sont réalisés sur les différents matériaux élaborés selon la norme ASTM D 570-98.

La Figure II.16 montre l'évolution du taux d'absorption d'eau des matériaux élaborés jusqu'à la saturation en fonction du temps. Les courbes d'absorption présentent la même forme typique d'un comportement Fickien : une augmentation linéaire de la masse puis une saturation. La condition de saturation a été observée après 144 heures. La figure II.16 montre clairement que le taux d'absorption d'eau des composites augmente avec l'augmentation du taux de fibres. Le taux de fibre accroît la cinétique ainsi que la prise de masse à saturation. L'augmentation du taux d'absorption des biocomposites est très majoritairement liée au caractère hydrophile des fibres d'ortie. Le polyester vierge présente un taux minimal d'absorption d'eau de 0,58%.Un taux d'absorption maximale de 7,04% est obtenu avec le biocomposite polyester/ 20% de fibres d'ortie. Ceci suggère que la fibre d'ortie peut influencer l'hydrophile final du polymère et donc expliquer une variation d'absorption d'eau à saturation.

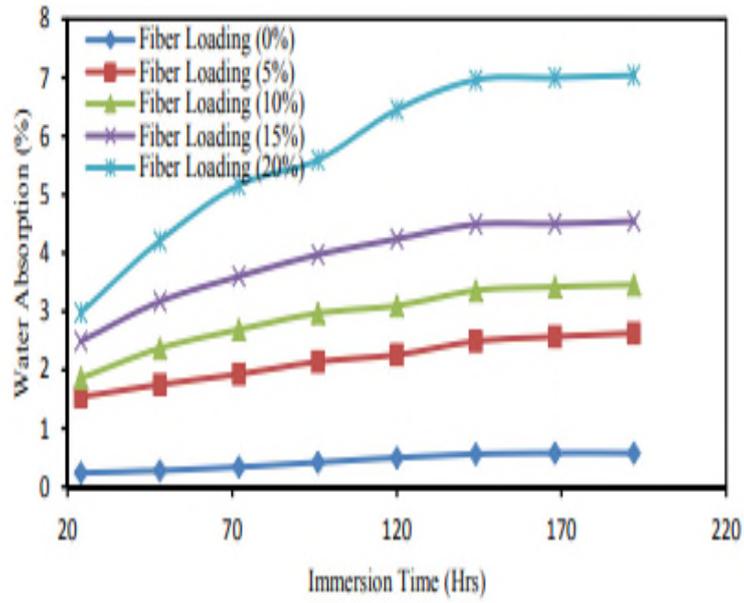


Figure II.16: Evolution du taux d'absorption d'eau des biocomposites à base de polyester/fibres d'ortie [60].

Références bibliographiques

- [1]. M. Malha, Mise En Œuvre, caractérisation et modélisation de matériau composite : Polymère thermoplastique renforcé par des fibres de doum, thèse de Doctorat, Université de Mohamed 6 – Agdal, 2624,2013.
- [2]. T. Guru Nathan, Smita Mohanty, Sanjay K. Nayak. A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. *Composites: Part A* 77, 1–25, 2015.
- [3]. S. S. Ray, M. Bousmina, Biodegradable polymers and their layered silicate Nano composites: in greening the 21st century materials world *Progress in Materials Science*, 50, 962-1079, 2005.
- [4]. F. Aeschelmann, M. Carus, *European Bioplastics*, nova-Institut GmbH, 2016.
- [5]. L. Avérous, N. Boquillon, *Carbohydrate Polymers*, 56, 111-122, 2004.
- [6]. A. J. Amass, K. L. N'Goala, B. J. Tighe, F. Schué, *Polym*, 40, 5073, 1999.
- [7]. D. Garlotta, A literature review of poly (lactic acid), *J. Polym. Env*, 9, 63, 2001.
- [8]. A. Steinbuchel, Y. Doi, Wiley-VCH: Weinheim (Allemagne), 398, 2002.
- [9]. I G P. Agus Suryawan. Study of stinging nettle (*urtica dioica* l.) Fibers reinforced green composite materials: a review, 7th International Conference on Key Engineering Materials ICKEM, 2017.
- [10]. Yosr Ben Mlik. Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles, thèse de doctorat, Université de Monastir.
- [11]. Olivier Pra, Utilisation de cellulose pour l'élaboration de matériaux photo luminescents ou conducteurs, thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2011.
- [12]. Houda Saad épouse R'ZIG. Développement de biocomposites à base de fibres végétales et de colles écologiques, thèse de doctorat, université de Pau et des pays de l'Adour, 2013.
- [13]. Rowell.R.M, Han J.S. Rowell J.S. Characterization and Factors Affecting Fiber Properties, *Natural Polymers and agro fibers Composites*, 115- 134, 2000.
- [14]. D. Sedan. Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment : Influence sur les propriétés mécaniques du composite, thèse doctorat, Université Limoges, 2007.
- [15]. Hind el Omari. Matériaux lignocellulosiques fonctionnel à partir de plantes vivaces marocaines et de pates commerciale, thèse de doctorat, Université Cadi Ayyad et de l'université du Québec à Trois-Rivières ,2016.

-
- [16]. Céline Satgé. Etude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides, thèse de doctorat, universités de Limoges, 2002.
- [17]. Ahmed Belaad, Elaboration et caractérisation des matériaux biocomposites, thèse de doctorat, université du 8 MAI 1945 Guelma, 2015.
- [18]. L. Yusriah, S.M. Sapuan, E.S. Zainudin, M. Mariatti, Underutilized malaysian agro-wastes fiber as reinforcement in polymer composites: Potential and challenges, *J. Polym. Mater.* 29, 201–216, 2012.
- [19]. K. Lau, P. Hung, M.-H. Zhu, D. Hui, Properties of natural fiber composites for structural engineering applications, *Compos. Part B Eng.* 136, 222–233, 2018.
- [20]. Mohamed El Hadi bourahli. Caractérisation d'un composite verre / époxy, thèse de doctorat, université Ferhat abbas-Setif 1.
- [21]. Edwin Bodros, Christophe Baley, Study of the tensile properties of stinging nettle fibres (*Urtica dioica*), Université de Bretagne Sud, 2016.
- [22]. Laura Bacci¹, Sara Di Lonardo¹, Lorenzo Albanese¹, Giorgio Mastromei² and Brunella Perito². Effect of different extraction methods on fiber quality of nettle (*Urtica dioica* L.), *textile Research Journal* 81(8) 827–837, 2010.
- [23]. Aurélie Vissac, Ingénieur INSA, matière en fibres, Mémoire du Diplôme de Spécialisation et d'Approfondissement DSA, école national supérieure d'architecteur de Grenoble, 2014.
- [24]. Khiri Amel et Bouchiba Maria. Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécaniques, mémoire de master, université Mohamed Boudiaf- M'SILA, 2019.
- [25]. Boudjema Hayat Latifa, Elaboration des matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables, thèse de doctorat, Université d'Oran 2, 2016.
- [26]. A-J, Bertrand. Les secrets de l'ortie, Légumes de demain, Jardiner bio c'est facile, Collection Le compagnon Végétal, 17305 Rochefort cedex France.
- [27]. Marie-Jo Vanstippen. La grande ortie (*urtica dioica*). Cercles des Naturalistes de Belgique (CNB), 2005.
- [28]. Camille Dufresne, Christine Ouellet. L'ortie dioïque, Filière des plantes médicinales biologiques du Québec, guide de production sous régie biologique, 2009.
- [29]. Mor Héloïse. La Grande Ortie "*Urtica dioica* L", faculté libre des sciences et technologies.
- [30]. M. Pokhriyal, L. Prasad, P. K. Rakesh, H.P. Raturi. Influence of fiber loading on physical and mechanical properties of Himalayan nettle fabric reinforced polyester composite Materials Today: Proceedings 5 16973–16982, 2018.

-
- [31]. Edwin Bodros and Christophe Baley. Investigation of the use of stinging nettle fibres (*Urtica Dioica*) for polymer reinforcement, Université de Bretagne Sud, 2010.
- [32]. Yahiaoui, L. caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss). Mémoire de magister, Université Sétif 1, 2011.
- [33]. Privas, E. Matériaux ligno-cellulosique, Elaboration et Caractérisation. thèse de doctorat, L'école nationale supérieure des mines de Paris, 2013.
- [34]. Spinu, M. Evaluation des paramètres physiques et physico-chimiques qui influencent l'accessibilité de la cellulose. Thèse de doctorat. L'école nationale supérieure des mines de paris, 2010.
- [35]. Sbiai, A. Matériaux composites a matrice Epoxyde chargée par des fibres de palmier dattier effet de l'oxydation au tempo sur les fibres. Thèse de doctorat. Paris. L'institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.
- [36]. Abir, M. Etude de la production et de la caractérisation de composites Bois-Plastiques. Mémoire de maîtrise en génie chimique. Québec, Canada, 2013.
- [37]. Ragoubi, M. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. Thèse de doctorat. Université Henri Poincaré Nancy 1, 2010.
- [38]. Kabir M.M, Wang H, Lau K.T, F. Cardona. Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview, *Composites Part B: Engineering* 43, 2883-2892, 2012.
- [39]. Dorez G., Formulation et comportement au feu de composites biosourcés. Thèse de doctorat en Chimie et Physicochimie des Matériaux, Université Montpellier II. 2013.
- [40]. Martin N.A.M., Contribution à l'étude de paramètres influençant les propriétés mécaniques de fibres élémentaires de lin: Corrélation avec les propriétés de matériaux composites, thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, 2014.
- [41]. Sreekala M.S., Kumaran M.G., Joseph S., Jacob M., Thomas S. Oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites: influence of fibre surface modifications on the mechanical performance, *Appl. Compos. Mater.* 7, 295–329, 2000.
- [42]. Klason. C, Kubat. J, Strömvall. H.E, The efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics. Part 1 Filling without processings aids or coupling agents. *Inter. J. Polymeric Mater.* , 10, 159-187, 1984.
- [43]. Dehouche N, Idres C, M Kaci, Zembouai I, S Bruzard, Effects of various surface treatments on Aloe Vera fibers used as reinforcement in poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate) (PHBHHx) biocomposites *Polymer Degradation and Stability*, 175, 109131, 2020.

-
- [44]. Mohanty A, Mubarak A, Hinrichsen G, influence of chemical surface modification on the properties of biodegradable jute fabrics—polyester amide composites. *Composites Part A Applied Science and Manufacturing* 31,143-150,2000.
- [45]. Talal, B. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites Bois/Plastiques "WPC ". Thèse de doctorat, Université de Pau et des pays de l'Adour, 2011.
- [46]. Le Duigou A., Bourmaud A., Baley C., In-Situ Evaluation of Flax Fibre Degradation during Water Ageing. *Industrial Crops and Products* 70, 204–210, 2015.
- [47]. Baley C. Analysis of the flax fibers tensile behavior and analysis of the tensile stiffness increase. *Compos. Appl. Sci. Manuf.* 33, 939–948, 2002.
- [48]. Charlet, K , Baley, C. , Morvan, C. Jernot, J.P. , Gomina, M. and Bréard , J. Characteristics of Hermès Flax Fibres as a Function of their Location in the Stem and Properties of the Derived Unidirectional Composites, *Composites Part A*, 38, 1912-1921,2007.
- [49]. Charlet, K. Contribution à l'étude de Composites Unidirectionnels Renforcés par des Fibres de lin: Relation Entre la Microstructure de la Fibre et ses Propriétés Mécaniques, thèse de doctorat, Caen, France, 2008.
- [50]. Bourmaud A, Morvan C, Baley C. Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber. *Industrial Crops and Products* 32 (3), 662-667, 2010.
- [51]. Bourmaud A, Baley C. Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polymer degradation and stability* 94 (3), 297-305, 2009.
- [52]. Duval A, Bourmaud A, Augier L, Baley C. Influence of the sampling area of the stem on the mechanical properties of hemp fibers. *Mater. Lett.* 65, 797–800, 2011.
- [53]. Bodros E, Pillin I, Montrelay N, Baley C. *Composites Science and Technology* 67, 462-470, 2007.
- [54]. Oksman K., Skrifvars M., Selin J.F. Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites, *Composites Science and Technology*, 63, 1317-1324. 2003.
- [55]. Alvarez V. A., Vazquez A. Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites, *Composites Part A*, 37, 1672–1680. 2006.
- [56]. Pan P., Zhu B., Kai W., Serizawa S., Iji M., Inoue Y. Crystallization Behavior and Mechanical Properties of Bio-Based Green Composites Based on Poly(L-lactide) and Kenaf Fiber, *Journal of Applied Polymer Science*, 105, 1511–1520,2007.

-
- [57]. Mittal V., Chaudhry A.U., Matsko N.B. “True” Biocomposites with Biopolyesters and Date Seed Powder: Mechanical, Thermal, and Degradation Properties, *Journal of Applied Polymer Science*, 131, 40816. 2014.
- [58]. Gaudin S., Commereuc S., Verney V., Guyonnet R., Govin A. Durabilité de composites bois-polymères biodégradables, *Matériaux et Techniques*, 95, 143 – 148,2007.
- [59]. Navdeep Kumar and Dipayan Das. Fibrous biocomposites from nettle (*Girardinia diversifolia*) and poly(lactic acid) fibers for automotive dashboard panel application. *Composites Part B*, 2017.
- [60]. Pokhriyal M, Prasad L, Rakesh P. K, Raturi H.P. *Materials Today: Proceedings* 5 16973–16982, 2018.

Conclusion

Les fibres végétales présentent un certain nombre de propriétés supérieures à celles des fibres synthétiques, ce qui engendre l'intérêt des chercheurs, comme en témoigne le nombre de publications ces dernières années sur le thème des composites à renfort de fibres végétales.

Ce manuscrit est une recherche bibliographique qui expose l'importance des biocomposites à fibres végétales et en particulier les fibres d'ortie. Nous avons dévoilé dans ce mémoire l'intérêt de l'intégration des fibres d'ortie dans une matrice biopolymère.

Compte tenu des résultats rapportés dans ce mémoire en ce qui concerne les propriétés des systèmes biocomposites PLA /fibres d'ortie, nous pouvons conclure que :

- ✓ Les fibres d'ortie présentent de bonnes propriétés mécaniques. La rigidité des fibres d'ortie est supérieure à celle du verre.
- ✓ L'addition de fibres d'ortie a provoqué une nette amélioration des propriétés mécaniques et thermomécaniques des biocomposites PLA/fibres d'ortie.
- ✓ L'addition de fibres d'ortie a provoqué une amélioration de la stabilité thermique des biocomposites PLA/fibres d'ortie.
- ✓ L'augmentation du taux d'absorption des biocomposites PLA/fibres d'ortie est liée au caractère hydrophile des fibres d'ortie.

Résumé

Les fibres naturelles végétales sont de plus en plus étudiées et employées comme renforts des matériaux composites. Ces dernières années, les fibres végétales sont utilisées pour améliorer certaines propriétés des polymères biodégradables afin d'élargir leur domaine d'application. Ce travail porte sur une étude bibliographique sur le système biocomposite à base de polylactide (PLA) renforcé par des fibres végétales (fibres d'ortie) . Les fibres d'ortie sont disponibles en Algérie, de ressources renouvelables et présentent de bonnes propriétés mécaniques. Les résultats rapportés en littérature ont montré que l'addition de fibres d'ortie provoque une amélioration de la stabilité thermique, des propriétés mécaniques et thermomécaniques des biocomposites PLA/fibres d'ortie. Cependant, plusieurs traitements à savoir : le traitement alcalin, le traitement avec les silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont été utilisés pour améliorer la compatibilité entre les deux composants.

Mots clés : Biocomposite, polylactide, biopolymère, fibres végétales, fibres d'ortie.