

République Algérienne Démocratique 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 de master

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie des procédés des matériaux

Thème

Caractérisations et valorisations des fibres de deux types d'ortie (urtica dioica et urtica pilulifera).

Présenté par :

BOUCHERGUINE Dyhia,

DAHMANE Nasrine,

Encadré par :

N.BELHADJ

Devant le jury composé de :

Présidente : Mme N. Rouba

Examinatrice : Mme H. Belkacemi

Année Universitaire : 2021/2022

Remerciement

Au terme de ce travail, c'est avec émotion que nous tenons à remercier tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce projet.

Tout d'abord, nous tenons à remercier ALLAH, qui nous a donné la force pour terminer ce modeste travail.

Nous exprimons nos sincères remerciements à nos parents pour leur contribution pour chaque travail qui l nous avons effectué.

Nous souhaitons adresse nos remerciements à notre encadreur **M^{me} BELHADJ, N** pour son sa disponibilité, les discussions constructives et pour ses encouragements durant la réalisation de ce mémoire.

Nous tenons à remercier l'ensemble des membres du jury, qui nous ont fait l'honneur d'examiner notre travail, pour avoir accepté de donner une partie de leur précieux temps et d'avoir ainsi partagé une partie de leur savoir, leurs critiques ne sauront que rehausser le niveau de notre savoir-faire.

Nos remerciements vont vers toutes personnes ayant participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail en créant une certaine ambiance, qui nous a fait oublier la fatigue et renouveler le souffle à chaque fois.

Dédicaces

Je dédie cet modeste travail à :

*Mon père **Mohand Amzaine** et ma mère **Razika** qui se sacrifiés pour moi pour leurs soutiens inconditionnels qu'ils m'ont toujours témoignés et leur dévouement pour que je réussisse dans mes études et ma vie.*

Je ne les remercierai jamais assez.

Mes frères et sœurs : Sonia, Nour el Houda, Ouamar, Ramzi, Dahbia.

*Exceptionnellement à mon fiancé **Youcef** qui ma encouragé et qui ma motivé durant toutes mes années d'études, que dieu te protège.*

*Mon binôme **Dyhia**.*

Mon ami Kamel qui m'a soutenu dans ce travail.

Mes adorables amies : Hamida, Lina, Kaouther, Yasmina.

Toutes ma famille et ma belle-famille et tous ceux qui m'ont aidé.

DAHMANE Nasrine.

Dédicaces

Avec toute mon affection, je dédie ce modeste travail à :

Mon très cher père **Smail** et ma très chère mère **Sabah** pour leurs sacrifices, leur confiance, leur soutien et leur affection. Je leur serai éternellement reconnaissante.

Ma sœur bien aimée **Hadda** pour son soutien et ses encouragements

Mes très chers frères **Djugurtha** et **Arris**.

Mon oncle **amazigh** pour ses orientations et ses encouragements.

Plus particulièrement à Mes très chères amies **Noura**, **Fahima**, **Wissam**, **Hamida** et **Imene** pour leur amour et disponibilité.

Mon binôme **Nasrine** avec qui j'ai passé les difficultés et les plus beaux moments de notre carrière universitaire.

Mes amis **Billy**, **Bilal** et **Kamel** pour leurs encouragements.

Toute ma famille et mes amis que tous ceux qui me connaissent.

Enfin à tous ceux que j'aime et tous ceux qui ont une place particulière dans mon cœur.

BOUCHERGUINE Dyhia

Liste de figures

Figure 1 : structure chimique de la cellulose.	3
Figure 2 : Structure moléculaire d'hémicellulose.	4
Figure 3 : structure moléculaire de lignine.	4
Figure 4 : structure d'une fibre libérienne.	8
Figure 5 : Exemple de défaut structural sur une fibre de lin.....	10
Figure 6 : Processus de dégommeage chimique.	14
Figure 7 : La Grande ortie (<i>Urtica dioica L.</i>).....	16
Figure 8 : La tige d' <i>Urtica dioica</i>	16
Figure 9 : La feuille d' <i>Urtica dioica</i>	17
Figure 10 : Racine <i>L'Urtica dioica L.</i>	18
Figure 11 : <i>L'Urtica pilulifera L.</i> (l'ortie à pilules).....	18
Figure 12 : la tige d' <i>Urtica pilulifera</i>	19
Figure 13 : La feuille d' <i>Urtica pilulifera</i>	19
Figure 14 : Représentation schématique d'un matériau composite.	22
Figure 15 : Interface fibre/matrice dans un composite.	23
Figure 16 : MEB modèle Joël JSM-6031.	25
Figure 17 : Exemples d'applications des bio composites.....	Error! Bookmark not defined.
Figure 18 : Modules de traction des composites PLA/lin par rapport au PP/lin.....	27
Figure 19 : Structure chimique de PLA.....	28
Figure 20 : les sites et les lieu de récolte du matériel végétal.....	29
Figure 21 : Illustration du protocole d'extraction des fibres.	30
Figure 22 : isolation des fibres d'orties par ultrason.	31
Figure 23 : Procédé de mesure de la densité des fibres.....	32
Figure 24 : Microscopie optique ZEISS West Germany.....	35
Figure 25 : Spectroscopie IR-ATR.....	36
Figure 26 : 1) disposition des fibres dans boite de pétries, 2) film biocomposite fibres d'orties.	37
Figure 27 : spectrophotométrie FTIR.....	38

Figure 28: Rendement d'extraction dans les fibres d'orties (a) <i>urtica dioica</i> , (b) <i>urtica pilulifera</i> .	39
Figure 29: Le taux d'humidité dans les fibres de (<i>l'urtica dioica</i>) et (<i>l'urtica pilulifera</i>).	41
Figure 30: Le taux d'extractive des fibres extraites de (<i>Urtica dioica</i>) et (<i>Urtica pilulifera</i>) avec les différentes méthodes d'extractions	43
Figure 31: Le taux d'hémicellulose des fibres extraites <i>d'Urtica dioica</i> et <i>d'Urtica pilulifera</i> avec les différentes méthodes d'extractions avec NaOH 4%.	44
Figure 32: Taux d'hémicellulose des fibres extraites avec différentes méthodes à NaOH 8%.	46
Figure 33: Le taux de lignine des fibres extraites <i>d'Urtica dioica</i> et <i>d'Urtica pilulifera</i> avec les différentes méthodes d'extractions.	46
Figure 34: Le taux de cellulose des fibres extraites <i>d'Urtica dioica</i> et <i>Urtica pilulifera</i> avec les différentes méthodes d'extractions NaOH 4%.	47
Figure 35: Le taux de cellulose des fibres extraites <i>d'Urtica dioica</i> et <i>Urtica pilulifera</i> avec les différentes méthodes d'extractions à NaOH 8%.	48
Figure 36 : Spectres IR(FTIR) des fibres <i>urtica dioica</i> avant et après traitement.	50
Figure 37 : Spectres IR(FTIR) des fibres <i>urtica pilulifera</i> avant et après traitement.	51
Figure 38: spectres IR-ATR du PLA et <i>urtica dioica</i> .	53
Figure 39: spectres IR-ATR du PLA et <i>urtica pilulifera</i> .	54
Figure 40: Taux d'absorption d'eau de PLA/ fibres <i>Urtica dioica</i>	55
Figure 41: Taux d'absorption d'eau de PLA/ fibres <i>Urtica pilulifera</i> .	55
Figure 42: Thermo grammes ATG des biocomposites PLA-Fibres d'Ortie. Error! Bookmark not defined.	

Liste de tableaux

Tableau 1 : Composition chimique de quelques fibres naturelles.....	2
Tableau 2: propriétés de finesse de quelques fibres naturelles ultimes	5
Tableau 3: Taux de reprise de différentes fibres végétales	6
Tableau 4: Densité des fibres végétales	7
Tableau 5: Cristallinité de quelques fibres naturelles	9
Tableau 6 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres	10
Tableau 7: Propriétés physique de PLA.	28
Tableau 8 : Code des fibres et les boicomposite corespondant.	37
Tableau 9: Aspect des fibres isolées des deux type d'orties <i>Urtica dioica</i> et <i>Urtica pilulifera</i>	40
Tableau 10: La densité des fibres non traitées de (<i>Urtica pilulifera</i>) et (<i>Urtica dioica</i>)	42
Tableau 11: Les longueurs moyennes et les indices d'uniformité des fibres extraites des deux espèces d'orties.	42
Tableau 12: L'Analyse morphologique des fibres d' <i>Urtica dioica</i> et <i>Urtica pilulifera</i> extraites manuellement avant est après traitement chimique.....	49

Remerciement

Dédicace

Liste de figures

Liste de tableaux

Chapitre I : aspect théorique de l'étude.

Introduction générale.....	1
I.1. Les fibres naturelles végétales	2
I.1.1.1. Cellulose	3
I.1.1.2. Hémicelluloses :	3
I.1.1.3. Lignine	4
I.1.1.4. Autres composants des fibres végétales.....	5
I.1.2. Propriétés physiques des fibres végétales	5
I.1.2.1. Dimension des fibres : diamètre et longueur.....	5
I.1.3. Propriétés mécaniques	9
I.2. Facteurs influençant les propriétés des fibres.....	11
I.3. Méthodes d'extraction des fibres végétales	11
I.3.1. Procédés d'extraction mécaniques	12
I.3.2. Procédés d'extraction chimiques.....	12
I.3.3. Procédés d'extraction biologiques.....	13
I.3.4. Procédés d'extraction combinés.....	14
I.4. étude botanique de l'ortie.....	14
I.4.1. Présentation de l'ortie	15
I.4.1.1. L'Urtica dioica et sa morphologie	15
I.4.1.2. L'Urtica pilulifera et sa Morphologie.....	18
I.5. Historique sur les usages courant des espèces Urticacée	19
I.5.1. Usage thérapeutique	19

I.5.2. Usage agriculture	20
I.5.3. Usage agro-alimentaire	20
I.5.4. Autre usages	20
I.5.4.1. Industrie	20
I.5.4.2. Papier	20
I.5.4.3. Conservateurs alimentaires	21
I.5.4.4. Textiles.....	21
I.6. Matériaux produits à partir de fibres d'ortie	21
I.6.1. Matériaux composites.....	21
I.6.1.1. Généralités sur les bio-composites	21
I.6.2. Procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales	22
I.6.3. Interface fibres végétales/matrice.....	22
I.6.4. Influence du taux de renfort	24
I.6.5. Influence de la taille des fibres.....	24
I.6.6. Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort	24
I.6.7. Influence de l'humidité.....	24
I.6.8. Techniques de caractérisation des bio composites	25
I.6.9. Domaine d'application des bio composites à fibres végétales	25
I.6.10. Propriétés des bio composites à matrice PLA et fibres végétales	26
I.6.10.1. Propriétés mécaniques	26
I.6.10.2. Propriétés rhéologiques.....	28
I.6.10.3. Propriétés thermiques.....	28

Chapitre II: Matériels et Méthodes

II.1. Matériels utilisés	28
II. 1.1. Acide poly lactique PLA	28
II.1.2. Matériel végétal.....	29
II.2. Extraction des fibres végétales	29

II.2.1. Rouissage à l'eau à température ambiante	29
II.2.2. Rouissage à l'eau avec chauffage à 50 °C.....	30
II.2.3. Macération dans l'eau de mer à température ambiante	30
II.2.4. Extraction des fibres par Ultrason.....	30
II.3. Caractérisations physique des fibres d'orties.....	31
II.3.1. Détermination du rendement de l'extraction	31
II.3.2. Détermination du taux d'humidité	31
II.3.3. Détermination de la densité des fibres	32
II.3.4. Mesure des longueurs et indice d'uniformité.....	32
II.4. Caractérisations chimiques des fibres	33
II.4.1. Détermination du taux des extractibles	33
II.4.2. Détermination du taux de l'hémicellulose	33
II.4.3. Détermination du taux de la lignine	34
II.4.4. Détermination du taux de cellulose	34
II.5. Caractérisations qualitative et morphologies des fibres	34
II.5.1. Caractérisation morphologique des fibres par Microscopie optique.....	34
II.5.2. Spectroscopie Infrarouge(IRFT)	35
II.6. Mise en œuvre des biocomposites à base de fibres d'orties (<i>urtica dioica</i> , et <i>urtica pilulifera</i>)	36
II.6.1. Elaboration des films biocomposites.....	36
II.6.2. Caractérisation qualitative des films biocomposites	37
II.6.2.1 Spectroscopie FTIR	37
II.6.2.2. Test de gonflement (Absorption d'eau).....	38
II.6.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG)	38
Chapitre III : Résultats et discussion	
III.1. Caractérisation des fibres d'ortie	39
III.1.1. Caractérisation physique	39

III.1.1.1. Rendement des fibres extraites de la masse végétale.....	39
II.1.1.2. Taux d'humidité	41
II.1.1.3. La densité.....	41
II.1.1.4. Les longueurs et l'indice d'uniformité	42
II.1.2. Caractérisation chimique	43
II.1.2.1. Le Taux d'extractives	43
II.1.2.2. Taux d'hémicellulose	44
II.1.2.3. Taux de la lignine	46
II.1.2.4. Taux de la cellulose	47
II.1.3. Caractérisation structurale	49
II.1.3.1. Analyse morphologique à la microscopie optique	49
II.1.3.2. Analyse structurale par spectroscopie infra-rouge (IR-ATR).....	50
III.2. Caractérisation des biocomposites.....	51
III.2.1. Analyse microscopique	51
III.2.2. Analyse structurale par spectroscopie infra-rouge (IR-ATR)	53
III.2.2. Absorption d'eau.....	55
III.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG).....	Error! Bookmark not defined.
Conclusion générale	
Références bibliographiques	

Introduction générale

La combinaison entre un polymère et un renfort synthétique ou végétal représente une nouvelle classe de matériaux aux propriétés améliorées. Ces matériaux dits composites avec des fibres synthétiques présentent beaucoup d'avantages. Mais, ils restent des produits difficilement biodégradables [1]. Le remplacement des fibres synthétiques par des fibres naturelles comme les fibres de lin, de diss, de chanvre ou d'ortie [2] semble être une alternative environnementale très prometteuse [1].

L'Algérie dispose de réserves importantes de fibres végétales, et l'utilisation de ses dernières permet la valorisation des ressources locales et le développement de matériaux respectueux de l'environnement. Au cours des dernières années, l'intérêt pour les fibres d'ortie croît de manière très significative [3], pour ses propriétés structurales très intéressante.

L'élaboration d'un matériau entièrement biodégradable reste un objectif majeur dans le développement des matériaux composites, et l'utilisation du PLA (polylactique acide) comme matrice dans les mélanges biocomposites prend une place de plus en plus importante, pour ses propriétés rhéologiques, mécaniques, thermiques et la plus importante biodégradation [2].

L'objectif pratique de cette étude est l'élaboration d'un matériau bicomposite à base de PLA et de fibres de deux types d'orties, à savoir *l'urtica dioica* et *l'urtica pilulifera* ; des fibres obtenues par différentes méthodes d'extraction.

Le premier chapitre de ce manuscrit est consacré à une étude théorique sur les fibres végétales, suivi d'un aperçu sur deux types d'orties ; *l'urtica dioica* et *l'urtica pilulifera*, ainsi que sur les méthodes d'extraction des fibres de ses dernières et leurs propriétés chimiques, physiques et mécaniques. Ce chapitre est clôturé par la présentation des matériaux bio composites, leurs domaines d'applications et une synthèse bibliographique sur quelques travaux réalisés sur le biocomposite (PLA/fibres d'ortie).

Le deuxième chapitre, est consacré à la présentation du matériel et des différentes méthodes utilisées dans cette étude. Et dans le dernier chapitre, il sera traité l'ensemble des discussions, des résultats obtenus dans cette étude. Le manuscrit est terminé par une conclusion et des perspectives.

Chapitre I : l'aspect théorique de l'étude

I.1. Les fibres naturelles végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules qui sont liées entre elles au sein de la paroi végétale. On distingue quatre composés principaux qui sont: la cellulose, la lignine, les hémicelluloses et les pectines. Ces différents composés sont liés entre eux par différents types de liaisons (covalente, hydrogène et de Vander Walls) nécessitant chacune une manière spécifique de rupture. L'étude de ces constituants, leurs caractéristiques et leurs liaisons peut orienter ultérieurement le choix des méthodes d'extraction des fibres d'ortie dans notre cas [1].

I.1.1. Propriétés chimiques :

Les proportions des différents constituants d'une fibre varient d'une manière importante d'une plante à une autre et même dans la même plante. Les principaux constituants des fibres lignocellulosiques déshydratées sont : la cellulose, la lignine et les hémicelluloses (**Tableau 1**). D'autres produits comme les protéines, l'amidon, les pectines et les sels inorganiques sont présents en quantités plus faibles [1]. La composition chimique des fibres végétales dépend de leur origine.

Tableau 1 : Composition chimique de quelques fibres naturelles [4-6].

Fibre	Cellulose %	Hémicellulose %	Lignine %	Matières non cellulosiques %
Typha	56.5	11.5	26.3	5.72
Jute	72	13	13	2
Kénaf	65.7	13.2	21.6	0
Noix de coco	43	< 1	45	4
Sisal	73	13	11	2
Ortie	47.63	18.9	8.15	25.32
Coton	92	6	-	< 1

I.1.1.1. Cellulose

La cellulose est un polymère représentant des constituants polysaccharidiques de la paroi des cellules des plantes de formule empirique $(C_6H_{10}O_5)_n$. La cellulose est le composant principal des fibres naturelles. On en trouve abondamment dans le bois, le coton et d'autres matériaux fibreux, ce qui en fait le matériau organique le plus abondant sur terre avec plus de 50% de la biomasse.

De type linéaire à base de monomère de glucose lié entre eux par des liaisons β - $(1\rightarrow4)$ d'où son autre appellation poly (β -1,4-glucopyranosyl) (**Figure 1**). Le degré de polymérisation de la cellulose varie fortement selon son origine, mais elle varie généralement entre 300 et 1000 et peut atteindre 15 000 molécules de glucoses par macromolécule. Sa masse molaire varie par conséquent entre 540 000 et 1 800 000g/mol [7].

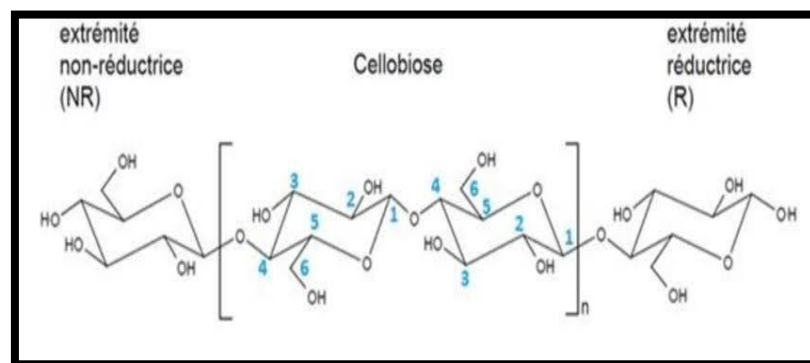


Figure 1 : structure chimique de la cellulose [7].

I.1.1.2. Hémicelluloses :

Les hémicelluloses regroupent un ensemble de polysaccharides, tels que le glucomannane, le xylane et le xyloglucane, dont le degré de polymérisation est compris entre 100 et 800 [2]. Ce sont des polymères non linéaires très hydrophiles, responsables de l'absorption d'eau. Leur module d'élasticité varie significativement en fonction de l'humidité relative : de 8 GPa sous atmosphère sèche, il peut chuter jusqu'à 0,01 GPa quand le taux d'humidité approche la saturation. Les hémicelluloses sont fortement liées aux molécules de cellulose et constituent l'interphase entre le ciment pectique et les microfibrilles. Elles peuvent être extraites de la fibre grâce à des alcalis (**Figure 2**) [8].

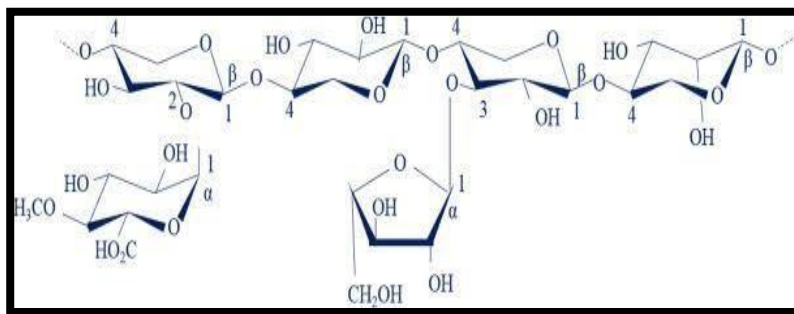


Figure 2: Structure moléculaire d'hémicellulose [8].

I.1.1.3. Lignine

La lignine est un polymère amorphe tridimensionnel de nature phénolique. Elle présente une grande variabilité structurale suivant l'origine botanique, C'est pourquoi on parle plus généralement des lignines que de la lignine. Après la cellulose, elles constituent le composé organique le plus abondant sur terre. Les lignines sont issues de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropanoïde ou plus communément appelé monolignols (*p*-coumarylique, coniférylique et sinapylique (**Figure 3**). Ces trois unités diffèrent par le nombre de groupements méthoxyle (OCH_3) portés par le cycle aromatique: En raison de la variété de monolignols et la nature aléatoire des liaisons entre ces monolignols, la structure réelle de la macromolécule de lignine est assez complexe et non-connue. Cette structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques, hydroxyles et éthers explique sa grande réactivité. Cependant, leur accessibilité est limitée par la conformation tridimensionnelle du réseau moléculaire mais aussi par la distribution de ce polymère parmi les autres constituants de la paroi cellulaire de la matière végétale [9].

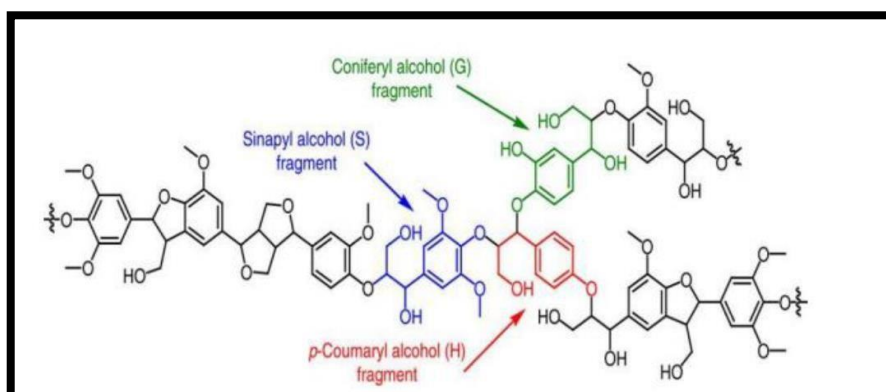


Figure 3: structure moléculaire de lignine [9].

I.1.1.4. Autres composants des fibres végétales

Autre que les constituants polysaccharidiques principaux (cellulose, lignine et hémicelluloses), la plante contient des constituants inorganiques sous forme de cendres, 3 - 6 % de protéines, des pectines et les extractifs sous forme de cires, graisses, d'acides gras, etc. La pectine désigne les hétéros polysaccharides qui sont présentés par les monomères de galacturonate. Elle n'est soluble dans l'eau qu'après une neutralisation partielle par alkali ou hydroxyde d'ammonium. Les cires peuvent être extraites avec les solutions organiques. Ces matériaux cireux sont composés de différents types d'alcools qui sont insolubles dans l'eau et dans quelques acides [10].

I.1.2. Propriétés physiques des fibres végétales

I.1.2.1. Dimension des fibres : diamètre et longueur

La finesse présente un paramètre très important dans la caractérisation des fibres textile. Ce paramètre est défini généralement par un facteur de forme (L/D) qui est présenté par le rapport entre les longueurs des fibres (en mm) et leurs diamètres (en μm). Ceci permet de comparer les différentes fibres végétales et de définir ainsi leurs champs d'application. En effet, un facteur de forme faible indique une résistance assez importante, ce qui oriente l'utilisation de ces fibres dans le renforcement des matériaux composites, par exemple. Par contre, un rapport (L/D) assez élevé oriente l'utilisation des fibres vers les non tissés, par exemple [11].

Tableau 2: propriétés de finesse de quelques fibres naturelles ultimes [11-12].

Fibre naturelle	Longueur (mm)		Diamètre (μm)		L/d ($\times 10^3$)
	Moyenne	Intervalle	Moyenne	Intervalle	
Sisal	3	1-8	20	8-41	$\approx 0,15$
Jute	2	2-5	20	10-25	$\approx 0,1$
Kénaf	5	2-6	21	14-33	$\approx 0,24$
Ramie	120	60-250	50	11-80	$\approx 2,4$
Chanvre	25	5-55	25	10-51	≈ 1
Lin	33	9-70	19	5-38	$\approx 1,74$
Alfa	1,2	0,2-3,3	13	6-22	$\approx 0,09$
Abaca	6	2-12	24	16-32	$\approx 0,25$
Coton	35	---	19	---	$\approx 1,84$

a. Taux de reprise des fibres végétales

L'humidité atmosphérique, liée à la température, exerce une influence sur les propriétés physiques, mécaniques et chimiques des fibres végétales. La teneur en humidité et le taux de reprise sont deux paramètres qui renseignent sur la quantité d'eau, que peut contenir ou reprendre la fibre dans des conditions climatiques bien définies. De ce fait, on peut définir le taux de reprise comme étant la quantité d'eau absorbée par 100 grammes de matière sèche sous des conditions climatiques bien déterminées. La teneur en humidité est définie comme étant la quantité d'humidité contenue dans 100 grammes de matière humide sous les mêmes conditions climatiques. Un exemple de taux de reprise pour certaines fibres végétales est illustré dans le **Tableau 3**.

Tableau 3: Taux de reprise de différentes fibres végétales [11].

Fibre	Taux de reprise (%)
Leafiran	9,5 – 10,5
Alfa	8,84
Coton mercerisé	8 – 12
Chanvre	8
Jute	12

La mesure de ces deux caractéristiques est basée sur le principe de la méthode gravimétrique conformément à la norme NF G 08-001 [11] Soit :

- ✓ Mh : masse humide en gramme dans des conditions d'humidité et de température données.
- ✓ Ms : masse sèche en gramme dans des conditions d'humidité et de température données.

Le taux de reprise (R(%)) et la teneur en humidité (Q(%)) sont donnés par les équations suivantes [11] :

$$R\% = \frac{Mh - Ms}{Ms} \quad (\text{I.1})$$

$$Q\% = \frac{Mh - Ms}{Mh} \quad (\text{I.2})$$

b. Densité

La densité des fibres est une caractéristique très importante puisqu'elle se répercute sur le poids des produits réalisés à partir de ces fibres. Par exemple, les fibres de verre ayant une densité de 2.56 donnent des produits lourds alors que ceux fabriqués à base de fibres de polyéthylène de densité 0.92 seront largement plus légers. Cette propriété est particulièrement importante pour les applications techniques comme les composites ou les géotextiles [12].

La densité de la fibre peut être déterminée par plusieurs techniques, à savoir la méthode de colonne à gradient de densité ou bien par pycnomètre [13].

Le **Tableau 4** présente quelques exemples de la densité de certaines fibres végétales ou la comparaison des densités de ces fibres avec celle de la fibre de verre (2,56), Il montre qu'il s'agit de fibres plus légères d'où leur intérêt pour des applications techniques.

Tableau 4: Densité des fibres végétales [12].

Fibre	Densité
Coton	1,5 – 1,6
Lin	1,53
Jute	1,44
Ramie	1,56
Sisal	1,45
Alfa	1,51

c. Morphologie des fibres végétales

Les fibres végétales (**Figure 4**) sont toujours assimilées à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose et dont la matrice amorphe est composée essentiellement d'hémicellulose et de lignine, l'ensemble est enrobé par des cires et des impuretés [14]. Les fibrilles de cellulose sont composées de deux couches élémentaires, une couche primaire très mince entourant une couche secondaire plus épaisse.

La paroi cellulaire externe ou paroi primaire est une couche mince et très élastique, ce qui lui permet de suivre la croissance de la cellule. Cette paroi cellulaire contient seulement 8% de cellulose.

La paroi cellulaire secondaire ou couche secondaire est composée de trois couches distinctes (S1, S2 et S3) et elle contient la proportion majeure de cellulose. La couche de milieu S2 est la couche la plus épaisse et la plus déterminante dans les propriétés mécaniques des fibres, vu qu'elle est composée de micro fibrilles de cellulose disposées parallèlement mais en hélice suivant un angle appelé angle micro fibrillaire (MFA) [15]. Cet angle ainsi que le taux de cellulose sont deux paramètres importants dans la détermination des propriétés mécaniques de la fibre [15].

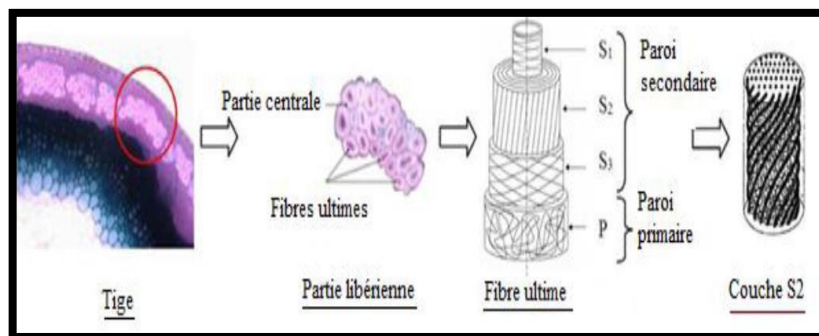


Figure 4: structure d'une fibre libérienne [15].

d. Microstructure des fibres

Pour mieux caractériser la microstructure des fibres végétales, il est indispensable d'étudier la structure supramoléculaire des fibres ainsi que l'orientation des chaînes macromoléculaires. Ainsi, l'évaluation du taux de cristallinité semble être le paramètre le plus important. L'analyse par les rayons X montre que les fibres végétales provenant des plantes ayant un faible taux de lignine telles que la ramie, le jute, le chanvre et le lin, présentent des structures semi cristallines avec un taux de cristallinité de l'ordre de 70 % [16].

Il faut noter que la structure cristalline est fortement influencée par les traitements chimiques subis par la fibre. En effet, il a été démontré que l'humidité provoque la diminution du taux de cristallinité de la fibre de ramie de 74% jusqu'à 54% [17]. Alors qu'un traitement alcalin augmente sa cristallinité. Cette augmentation est due en premier lieu à la perte de lignine et d'hémicellulose, présents dans la fibre sous forme de structure amorphe, et au

gonflement de la structure cellulosique en second lieu. Par contre, le traitement acide diminue la cristallinité de la fibre parce qu'il attaque la cellulose. Le **Tableau 5** présente la variation du taux de cristallinité de quelques fibres végétales non traitées et suite à un traitement alcalin (17% d'hydroxyde de sodium) à 95 °C pendant des durées variant entre une et deux heures.

La résistance et la rigidité des fibres dépendent de la constitution des fibres, la teneur en cellulose, la cristallinité et le degré de polymérisation. En plus, la maturité et la partie de la plante à partir de laquelle on obtient des fibres jouent un rôle important [17].

Tableau 5: Taux de Cristallinité de quelques fibres naturelles [12].

Fibre	Cristallinité (%)	
	Fibre écrue	Fibre traitée à la soude
Abaca (Bananier textile)	52	62
Banane	55	62
Kéna	47	62
Ramie	61	66

e. Comportement thermique

L'étude du comportement thermique des fibres lignocellulosiques est une étape très importante dans la caractérisation du fait qu'elle nous renseigne sur la composition d'un matériau. En effet, la pyrolyse des différentes substances s'effectue pour des températures variables. Du point de vue thermique, la majorité des fibres végétales perdent leur rigidité dès 160°C et on voit la lignine se dégrader aux alentours de 200°C. Stemm a observé des effets irréversibles comme l'augmentation de la dégradation avec l'oxydation et le changement de viscosité [18]. De plus, la destruction de l'ordre cristallin n'apparaît qu'au-dessus de 320°C par agitation thermique des molécules [19].

I.1.3. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres découlant directement de leurs caractéristiques biochimiques, elles varient d'une espèce à l'autre, et même d'une fibre à l'autre au sein d'une même plante.

La faiblesse de la masse volumique des fibres végétales (1,2 à 1,5 g/cm³) confère à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes. Les fibres longues ont des contraintes en traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus

grandes probabilités de contenir des défauts de formation. Un index de cristallinité de la cellulose d'une fibre élevée est indicateur de propriétés mécaniques élevées. Les fréquents défauts structuraux (**Figure 5**) observés de la surface des fibres sont des conséquences de la grande variabilité de morphologie, de composition chimique, de structure et de comportement mécanique spécifique de ces fibres.

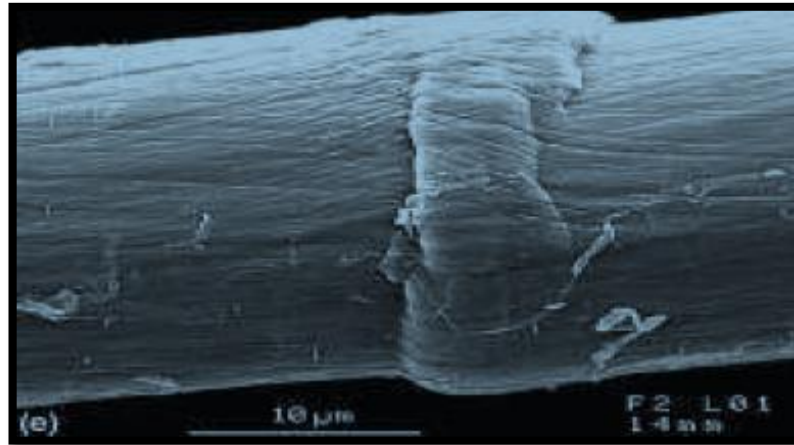


Figure 5 : Exemple de défaut structural sur une fibre de lin [20].

L'angle micro fibrillaire explique en partie la déformation élastique de la fibre végétale et dès lors son allongement à la rupture en traction. Un angle micro fibrillaire élevé suppose une déformation élastique plus importante pour une sollicitation de la fibre en traction faible [21]. Le **Tableau 6** présente les propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec certaines fibres de renforcement conventionnelles.

Tableau 6 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres [22].

Fibre	Densité (g/cm ³)	Allongement(%)	Résistance à la traction (Mpa)	Module de Young (Gpa)
Coton	1.5-1.6	7.0 - 8.0	287-597	5.5-12.6
Jute	1.3	1.5 - 1.8	393-773	26.5
Lin	1.5	2.7 - 3.2	345-1035	27.6
Chanvre	–	1.6	690	–
Ramie	–	3.6-3.8	400-938	61.4-128
Sisal	1.5	2.0 - 2.5	511-635	6.4-22.0
Coco	1.2	30.0	175	4.0-6.0
Verre E	2.5	2.5	2000-3500	70.0
Verre S	2.5	2.8	4570	86.0
Aramide	1.4	3.3 - 3.7	3000-3150	63.0-67.0
Carbone	1.4	1.4 - 1.8	4000	230.0-240.0

I.2. Facteurs influençant les propriétés des fibres

Les propriétés des fibres végétales varient en fonction de plusieurs facteurs. On distingue, par exemple, la partie de la plante à partir de laquelle la fibre est extraite à savoir tige, feuille ou fruit, la durée de la croissance de la fibre, la méthode d'extraction de la fibre, etc [23].

Plusieurs chercheurs se sont intéressés à cette étude pour différentes fibres végétales [23]. Ils ont montré que la composition chimique et les propriétés physiques varient en fonction des différentes parties de la plante. En d'autres termes, la composition chimique des fibres extraites des racines, de la tige, du tronc, ou des feuilles sont différentes.

Des études ont également montré que la composition chimique et les propriétés physiques varient selon plusieurs paramètres tels que le niveau de la fibre dans la feuille (en haut ou en bas de la plante), la disposition de la feuille à partir de laquelle la fibre est extraite (par rapport au cœur de la plante), etc [13].

Dans son travail intitulé « Etude du potentiel textile des fibres d'agave Americana L. », Msahli a démontré que pour le facteur position de la fibre dans la feuille, les fibres les plus fines sont situées vers les pointes des feuilles [16].

I.3. Méthodes d'extraction des fibres végétales

La séparation des fibres ou le processus d'extraction a un impact majeur sur le rendement en fibres et la qualité finale de la fibre. Il influence la structure, la composition chimique et les propriétés des fibres. Les procédures peuvent être divisées en procédé de séparation biologique, mécanique et chimique. Dans certains cas, on procède par la combinaison de deux ou plusieurs traitements différents, par exemple, un traitement mécanique suivi d'un traitement chimique, ou bien un traitement chimique suivi d'un traitement biologique, etc. Par exemple, pour avoir des fibres d'alfa filable, l'extraction a été effectuée par un procédé mécanique suivi d'une extraction chimique et finalement les fibres obtenues sont traitées par une enzyme [12].

I.3.1. Procédés d'extraction mécaniques

L'extraction mécanique consiste à passer la matière fibreuse à travers une ou plusieurs machines permettant de détruire les matières non cellulosiques et de dégrader les fibres. La matière première utilisée au cours de ce procédé, doit être sèche ou légèrement rouie.

Parmi les machines utilisées, on distingue les « raspadors » appelés aussi les décortiqueuses. Il s'agit de machines employées surtout dans l'extraction des fibres d'agave, par une simple action de battage et de grattage. Cette technique est adoptée pour plusieurs fibres végétales telles que : les fibres d'alfa, les fibres d'agave, les fibres de bambou et les fibres de sisal. De nos jours, ces machines deviennent plus automatisées et sans intervention manuelle. Après l'étape d'extraction et de séchage, les fibres demeurent collées les unes aux autres d'où la nécessité de faire un peignage.

L'inconvénient majeur de cette méthode, les fibres produites sont beaucoup plus grossières et moins fines par rapport à celles obtenues par rouissage ou par traitement chimique [24]. De plus, des risques de modification des caractéristiques mécaniques des fibres peuvent survenir à cause des sollicitations que subissent ces dernières.

I.3.2. Procédés d'extraction chimiques

L'extraction chimique des fibres végétales consiste à traiter la matière fibreuse dans une solution contenant un ou plusieurs agents chimiques, dans des conditions bien déterminées. L'extraction consiste à dissoudre la lignine, l'hémicellulose et toutes autres matières extractibles qui lient les fibres les uns aux autres. Plusieurs produits chimiques peuvent être utilisés à cet effet, tels que les solvants pour les matières liantes des fibres dans la plante.

Pour se faire, la feuille ou la tige sont immergées dans des réservoirs chauffés contenant soit des solutions d'acide sulfurique, de la chaux chlorée, d'hydroxyde de sodium ou de potassium et du carbonate de sodium pour dissoudre le composant pectine. L'utilisation d'agents tensio-actifs dans le processus assure une simple élimination des composants non souhaités, non cellulosiques adhérant aux fibres par dispersion. Une enquête sur les procédures d'extraction des fibres de Vakka (*Roystonea regia*), de palmier dattier et de bambou a été reportée par Murali et Mohana [25]. Dans leurs études, les bandes fibreuses de bambou ont été extraites au moyen d'un procédé chimique dans lequel les matériaux

gommeux et la pectine sont enlevés. Le procédé d'extraction chimique donne un rendement d'environ 33% de fibres.

Dans ce sens, une méthode basée sur l'action de l'hydroxyde de sodium a été appliquée sur les feuilles de Typha de la variété australe à une température de 80 à 100°C pendant une durée de 2 à 4 heures [5]. Pour le traitement alcalin, il devient non préférable lorsqu'on dépasse une certaine valeur de concentration en soude, qui provoque une altération des propriétés physiques et chimiques des fibres.

Dans une autre étude, l'extraction a été effectuée sur la tige de Typha domingensis par le procédé soude-anthraquinone; sulfite alcalin-anthraquinone et sulfite alcalin anthraquinone-méthanol à haute température 165 °C pendant 90 à 120 min [26]. L'extraction chimique produit des fibres de haute qualité mais augmente les coûts pour le produit final.

I.3.3. Procédés d'extraction biologiques

Le traitement biologique consiste à dégrader les matières liantes des fibres à l'aide des microorganismes qui se développent dans le milieu de traitement (bain de rouissage) ou bien en utilisant des enzymes qui activent l'opération de dégradation de ces matières (traitement enzymatique).

Parmi les procédés d'extraction biologiques, on distingue le rouissage utilisé pour l'extraction des fibres végétales telle que le lin, le sisal, le jute, le palmier, etc. Il s'agit en fait d'une macération des plantes ou de certains organes pour faciliter la séparation de l'écorce filamenteuse. Les périodes de séjour des plantes dans le bain de rouissage varient selon la variété de la plante, son âge et sa forme.

L'eau de mer (solution faiblement basique) est largement utilisée pour attaquer les feuilles de la plante d'agave en faisant décomposer la pulpe et extraire les fibres pour une durée de trois mois [27].

Un autre traitement biologique a été fréquemment utilisé, il s'agit du traitement enzymatique. Les enzymes sont des catalyseurs biologiques permettant d'activer une réaction ou une substance spécifique. Les noms des enzymes dérivent de la réaction catalysée, en ajoutant le suffixe -ase. Exemple : la catalyse d'une cellulose est effectuée par une cellulase, et celle d'un amylose par une amylase.

Parmi les avantages de l'utilisation des enzymes par rapport à un catalyseur chimique, on distingue :

- ✓ La rapidité du traitement : la vitesse d'une réaction est catalysée 106 à 1023 fois plus élevée que de celle non catalysée.
- ✓ Spécificité de fonctionnement : les enzymes fonctionnent avec une substance ou selon une réaction particulière. D'où les produits secondaires issus de ce traitement sont de quantité minimale.

Malgré ces avantages, les patinasses sont capables d'hydrolyser la liaison glycosidique de la cellulose et donc la cellulose elle-même ce qui constitue un inconvénient majeur pour l'utilisation de ces microorganismes.

I.3.4. Procédés d'extraction combinés

Autres que les méthodes d'extraction simples, on trouve les procédés d'extraction combinés qui nécessitent une succession des traitements. Dans le but d'extraire les fibres de Typha, une combinaison d'un rouissage et d'un dégommage chimique a été utilisée par Li-yan-Liu et al [28] : les feuilles de typha sont émergées dans l'eau de rouissage pendant 2 semaines. Puis, un dégommage chimique est effectué selon le processus suivant :

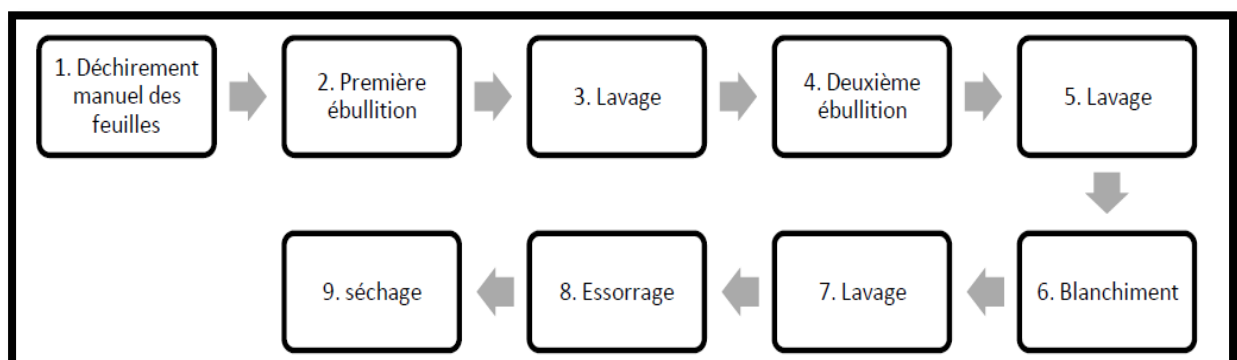


Figure 6: Processus de dégommage chimique [28].

Ce procédé est utilisé aussi pour l'extraction des fibres d'alfa. Il s'agit d'une alternation des processus entre mécanique, chimique, enzymatique, chimique et mécanique [29]. Un autre exemple d'extraction des fibres de palmiers peut être mentionné où les fibres sont extraites à partir des pétioles des plantes de palmier doum. En premier lieu un procédé mécanique d'extraction des fibres est réalisé. Par la suite les fibres obtenues sont immergées dans une solution de soude pendant 2 heures à une température de 90°C.

I.4. étude botanique de l'ortie

Les orties (*Urtica*) sont un genre de la famille des Urticacées qui regroupe une trentaine d'espèces de plantes herbacées à feuilles velues, L'étude réalisée au cours de ce travail s'est portée sur deux types d'ortie, la première est l'espèce la plus courante *Urtica dioica* dite la grande ortie et la seconde une ortie spécifique du bassin méditerranéen *Urtica pilulifera* L. dite l'ortie à pilules, appelée aussi ortie algérienne.

I.4.1. Présentation de l'ortie

Les orties sont un genre de la famille des urticacées qui regroupe une trentaine d'espèces de plantes herbacées à feuilles velues. Très répandue dans le bassin méditerranéen, en Europe, les espèces les plus courantes sont la grande ortie *Urtica dioica*, *Urtica pilulifera*.

L'ortie est constitué de flavonoïde, d'histamine, de lignâmes, de vitamine A, C, E, B2, B5, D et K, de chlorophylle (10 à 60%), de tanin, de potassium, calcium, acide siliçique, fer, soufre, manganèse, silice, phosphore et carotène [30].

I.4.1.1. L'*Urtica dioica* et sa morphologie

L'*Urtica dioica* lin appelée communément la grande ortie figure est une plante herbacées vivace vigoureuse et à longue durée de vie par un rhizome jaune rampant, nitrophile, couverte de poils crochus irritants, elle peut atteindre 1.50 mètre de hauteur [30].

Les feuilles sont opposées, pointues avec des dentures triangulaire sur les bords. Les fleurs apparaissent dès le mois de juin et jusqu'en octobre. Elles sont de couleur verte et très petite (**Figure 7**) [30].



Figure 7: La Grande ortie (*Urtica dioica L*) [prise par nous-même].

a. La tige

La tige de l'ortie dioica est dressée, velue, non ramifiée et quadrangulaire portant des poils urticantes et des poils courts, très fibreuse porte des feuilles opposées ovales, acuminées fortement dentées sur les bords, à grosse dents ovales-triangulaires (**Figure 8**) [31].



Figure 8: La tige d'*Urtica dioica* [prise par nous-même].

b. La feuille

Urtica dioica est constituée de feuilles simples charnues, tombantes dentelées, grossièrement en forme de cœur, et la tige sont recouverts de poils urticants blancs [32].

Les feuilles simples à long pétiole sont opposées deux à deux, de couleur vert foncé en raison de leur richesse en chlorophylle (**Figure 9**) [31-33].



Figure 9: La feuille d'*Urtica dioica* [prise par nous-même].

c. Les racines

Ce sont des rhizomes – tiges souterraines, jaunâtres, traçants et abondement ramifiés qui développent chaque année de nouvelles pousses, d'où le caractère par fois envahissant de l'ortie ils fixent l'azote de l'aire grâce à l'action de microorganismes (*Rhizobium frankia*) qui vivent en symbiose avec l'ortie (**Figure 10**) [33].



Figure 10: Racine *L'Urtica dioica L* [prise par nous-même]..

I.4.1.2. L'Urtica pilulifera et sa Morphologie

L'Urtica pilulifera également appelée l'ortie à pilules doit son nom à ses fleurs femelles réunies en petites sphères, pompons hérissés de piquants qui évoquaient des pilules pour les anciens. Elle mesure de 40 cm à 1m, recouverte de poils et de couleur vert sombre (**Figure 11**) [34].



Figure 11: *L'Urtica pilulifera L.* (l'ortie à pilules) [prise par nous-même]..

a. La tige

La tige de l'ortie à pilules est dressée, simple ou ramifiée **Figure 12**.



Figure 12: la tige d'*Urtica pilulifera* [prise par nous-même]..

b. La feuille

L'Urtica pilulifera est constituée de feuilles grandes, ovales, arrondies ou tronquées en cœur à la base profondément incisées-dentées (**Figure 13**).



Figure 13: La feuille d'*Urtica pilulifera* [prise par nous-même]..

I.5. Historique sur les usages courants des espèces Urticacée

I.5.1. Usage thérapeutique

Les feuilles d'*Urtica dioica* L. sont inscrites à la Pharmacopée Européenne VIIIème édition et à l'Agence Européenne du Médicament (EMA) [35]. Traditionnellement elle est

utilisée dans les états séborrhéiques, le traitement symptomatique des manifestations articulaires douloureuses mineures et aussi comme traitement des maladies inflammatoires des voies urinaires.

I.5.2. Usage agriculture

Comme un stimulateur de croissance, elle favorise la croissance des petits végétaux, en particulier de ceux qui sont fragiles. Elle stimule la floraison de la plupart des plantes aromatiques, augmente la teneur de certaines plantes en huile essentielle (jusqu'à 80% pour l'angélique) et renforce la vitalité de nombreux fruitiers (notamment les framboisiers, les groseilliers et les fraisiers) et augmente leur rendement [36] Elle recycle et assainit par exemple ainsi le fer minéral des vieilles ferrailles laissées à l'abandon est recyclé [34]. De plus son système racinaire composé de racines rampantes et ramifiées permet d'améliorer la structure de la terre [36].

I.5.3. Usage alimentaire

Les jeunes feuilles d'orties peuvent être consommées crues hachées ou broyées, par exemples salade, ou cuites. Il faut éviter la plante adulte, devenue filandreuse, qui prend alors un goût désagréable et dont la consommation excessive à ce stade peut provoquer des dysfonctionnements rénaux [37,38].

I.5.4. Autre usages

I.5.4.1. Industrie

La grande ortie est utilisée pour l'extraction industrielle de la chlorophylle qui est employée comme colorant alimentaire (E 140), et également comme agent aromatisant dans certains dentifrices et chewing-gum [39,40].

I.5.4.2. Papier

L'emploi de l'ortie comme constituant unique de la pâte à papier a été relativement limité, alors que son incorporation en mélange à d'autres matières, notamment les vieux chiffons, était une pratique courante. Malheureusement aujourd'hui, pour cause de rentabilité, cette pratique a été abandonnée sauf pour quelques rares exceptions [34].

I.5.4.3. Conservateur alimentaire

Les propriétés conservatrices des feuilles d'orties étaient mises à profit pour envelopper le gibier et le poisson les fruits et les légumes et ainsi garder leur fraîcheur [36].

I.5.4.4. Textile

L'utilisation textile de l'ortie fait surtout référence à la ramie ou «ortie de Chine» (*Boehmeria nivea*.L Urticaceae) dont l'utilisation dans ce domaine (Grande Ortie) a longtemps été et continue toujours à être utilisée de nos jours pour l'usage textile [41].

I.6. Matériaux produits à partir de fibres d'ortie

I.6.1. Matériaux composites

I.6.1.1. Généralités sur les bio-composites

Un matériau composite est un assemblage d'au moins de 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 [42,43] :

- ✓ 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 bio composite est un composite qui possède soit une matrice bio sources, soit des renforts naturels, soit les deux. Il est soit appelé "biocomposite vert" si la matrice ou le renfort est d'origine bio source, soit "biocomposite vert-vert" si les deux matériaux sont bios sources. 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 14**) présente une classification schématique des matériaux composites.

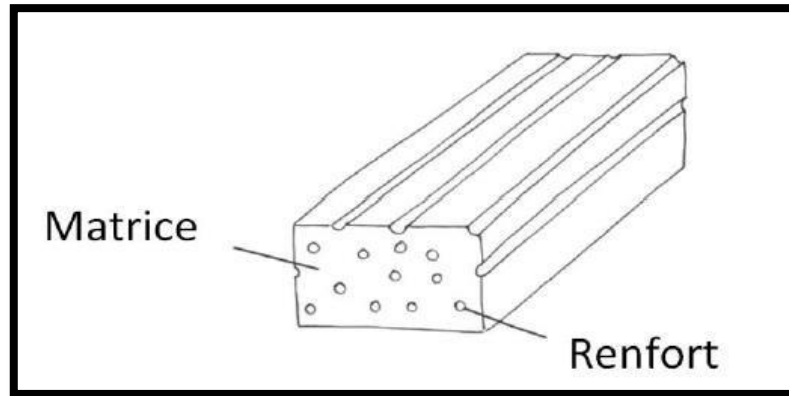


Figure 14: Représentation schématique d'un matériau composite [42].

I.6.2. 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 [44,45]. Selon le procédé de mise en œuvre choisie, qui est largement déterminée en fonction de 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 au chauffage. Il existe plusieurs procédés pour élaborer et mettre en forme les composites qui sont :

- ✓ l'extrusion, très utilisée avec les thermoplastiques ; (l'extrusion mono ou bivis).
- ✓ l'imprégnation, utilisée souvent avec les tissus et les fils.
- ✓ le dépôt pour les composites en sandwichs.

I.6.3. Interface fibres végétales/matrice

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 [46,47]. 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 modifiants 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 (CH₃COO-). 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 physicochimiques 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. Classiquement, la qualité de l'adhésion fibre/matrice est contrôlée par microscopie (**Figure 15**) [37].

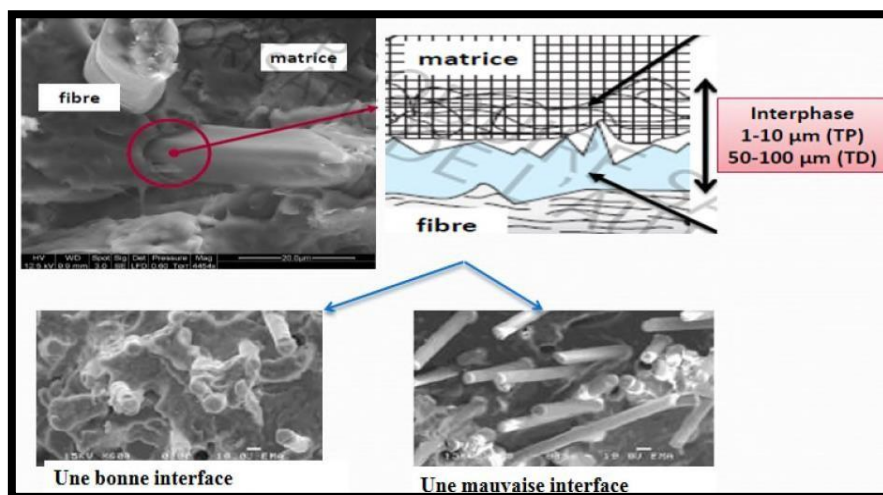


Figure 15: Interface fibre/matrice dans un composite [37].

I.6.4. 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. [48] ont observé, qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures.

I.6.5. Influence de la taille des fibres

La taille de renforts influence les propriétés des matériaux composites. González et al. [49], 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. 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 [50].

I.6.6. 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. Lesquels les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre). Klason et al. [48] 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%.

I.6.7. 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.

I.6.8. Techniques de caractérisation des bio composites

Différents techniques de caractérisation des propriétés de matériaux bio composites [51-52] sont utilisées par exemple les techniques microscopiques d'imagerie de l'interface comme la microscopie par fluorescence ou optique (MEB) (Figure 16) ou la microscopie à force atomique (AFM) qui renseignent sur la nature physique de l'adhésion et une observation détaillée des fibres, de leur surface, de leur paroi, ainsi que de la morphologie de l'interface.



Figure 16: MEB modèle Joël JSM-6031 [52].

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 bio composites et pour donner des informations qualitatives sur des phénomènes d'interface.

I.6.9. Domaine d'application des bio composites à fibres végétales

Les bio composites présentent de nombreux avantages faisant d'eux des matériaux innovants de choix. En effet, au de-là de leur caractères bio-sources 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 17) [42].



Figure 17: Exemples d'applications des bio composites [42].

I.6.10. Propriétés des bio composites à matrice PLA et fibres végétales

L'addition des fibres végétales à une matrice PLA affecte significativement les diverses propriétés physiques des matériaux bio composites. La plupart des recherches dans la littérature s'intéressent à l'étude des performances mécaniques, la stabilité thermique, la cristallinité et les propriétés rhéologiques [53].

I.6.10.1. Propriétés mécaniques

Oksman et al. [53] 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 18**) 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. L'étude 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 bio composites.

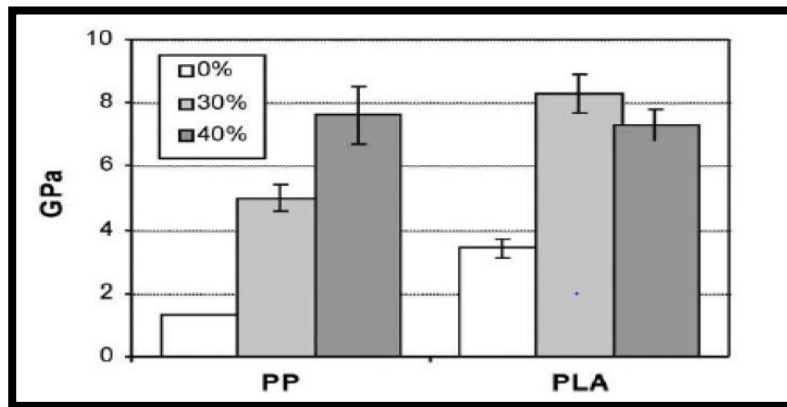


Figure 18: Modules de traction des composites PLA/lin par rapport au PP/lin [61].

A.K. Bledzki et al [54] se sont proposé dans leur article de suivre les propriétés mécaniques de bio composites 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 bio composites à base de PHBV et PP renforcé aux mêmes fibres. Les bio composites à base de PLA et de PHBV ont présenté des performances similaires à celles du bio composite 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.

I.6.10.2. Propriétés rhéologiques

Gaudin et al. [55] 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.

I.6.10.3. 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, 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. 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.

I.6.11. Propriétés mécaniques des fibres d'orties

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 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 structurelles. [57-58].

Chapitre II : Matériels et Méthodes

Ce chapitre porte sur la présentation des matériaux sur les protocoles expérimentaux ainsi que sur les techniques de caractérisation utilisés. Dans un premier lieu, une description des différents matériaux sera faite. Ensuite, une présentation succincte des protocoles d'extraction des fibres d'ortie, de leurs modifications et de l'élaboration des bio composites sera faite. Enfin, les différentes techniques utilisées pour évaluer les propriétés des matériaux élaborés seront brièvement décrites.

II.1. Matériels utilisés

II. 1.1. Acide poly lactique (PLA)

L'acide poly lactique (anglais : poly lactic acid abrégé en PLA) est un polymère biodégradable en compostage industriel (à une température supérieure à 60 °C). Sa structure chimique est présentée dans la figure 19. Ses principales propriétés physiques sont listées dans le **Tableau 7**.

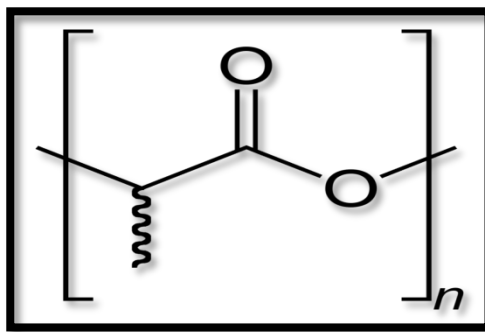


Figure 19: Structure chimique de PLA [59].

Tableau 7: Propriétés physique de PLA [59].

Propriété	Valeur
T° fusion (°C)	175
T° transition vitreuse (°C)	60
Masse volumique(g cm ⁻³)	1.25

II.1.2. Matériel végétal

La source des fibres utilisées dans cette étude est :

- ✓ *L'Urtica pilulifera* fraîche récoltée dans la région de Beni Maouche - Bejaia pendant la période avril –mai 2022 (**Figure 20.a.1**).
- ✓ *L'Urtica dioica* fraîche récoltée dans la région à Taskrioute- Bejaia pendant la période avril –mai 2022 **Figure 20.b.2**.



Figure 20: les sites et les lieux de récolte du matériel végétal.

II.2. extraction des fibres végétales

L'extraction des fibres des deux espèces d'orties ; *l'urtica pilulifera*, *l'urtica dioica* et a été réalisée avec plusieurs méthodes :

II.2.1. Rouissage à l'eau à température ambiante

- ✓ Immersion des tiges d'ortie fraîches dans un contenant ouvert, rempli d'eau de robinet pendant 15 jours (**Figure 21**).

- ✓ Lavages successifs des tiges avec l'eau courante avec un frottement manuel jusqu'à élimination de toute la pulpe et isolation des fibres.
- ✓ Séchage des fibres obtenues dans une étuve à 100°C pendant 24h.



Figure 21: photos montrant les fibres avant et après l'extraction.

II.2.2. Rouissage à l'eau avec chauffage à 50 °C.

- ✓ Immersion des tiges d'ortie dans un contenant rempli d'eau.
- ✓ Faire cuire les tiges pendant 2h à 50 °C.
- ✓ Après refroidissement, lavages successifs à l'eau courante et élimination de toute la pulpe avec un léger frottement manuel.
- ✓ Séchage des fibres isolées dans une étuve à 100°C pendant 24h.

II.2.3. Macération dans l'eau de mer à température ambiante

- ✓ Immersion des tiges d'ortie dans de l'eau de mer pendant 3 jours dans un contenant ouvert.
- ✓ Lavages successifs des tiges à l'eau courante jusqu'à élimination de toute la pulpe et l'odeur très forte de décomposition.
- ✓ Séchage dans une étuve à 100°C pendant 24h.

II.2.4. Extraction des fibres par Ultrason

- ✓ Immersion des tiges d'ortie dans un bécher avec de l'eau.
- ✓ Irradier le mélange pendant 60min avec des ondes à ultrason dans un appareil à ultrason (**Figure 22**).
- ✓ Séchage dans une étuve à 100°C pendant 24h.



Figure 22: isolation des fibres d'orties par ultrason.

II.3. Caractérisations physique des fibres d'orties

II.3.1. Détermination du rendement de l'extraction [60]

Le rendement est un paramètre clé dans une démarche d'industrialisation du procédé. Le rendement d'extraction des fibres est déterminé en pesant 2g de tiges des deux espèces (*Urtica dioica*, *Urtica pilulifera*) avant l'extraction. On doit peser la masse après isolation des fibres par les différentes méthodes d'extractions, le rendement est donné par la relation ci-dessous

$$R\% = \frac{\text{masse des tiges finale}}{\text{masse des tiges initial}} * 100 \quad (\text{II.1})$$

II.3.2. Détermination du taux d'humidité [60]

La détermination du taux d'humidité des fibres obtenues avec les différentes méthodes d'extractions des deux types d'orties est réalisée comme suit :

Une masse de 1g des fibres fraîchement isolées est mise dans une étuve à 90°C pendant 24h jusqu'à stabilisation de la masse, le taux d'humidité est déterminé avec la relation suivante :

$$\text{Taux d'humidité \%} = \frac{\text{masse humide} - \text{masse sèche}}{\text{masse sèche}} * 100 \quad (\text{II.2})$$

II.3.3. Détermination de la densité des fibres

La densité de la fibre a été déterminée au moyen d'un pycnomètre. Et ce de la manière suivante :

- ✓ Peser le pycnomètre vide avec une balance analytique (m_0).
- ✓ Repeser le pycnomètre rempli avec l'acétone (m_0).
- ✓ Repeser le pycnomètre avec la quantité des fibres dont on veut mesurer la densité (m_1).
- ✓ Compléter le contenu du pycnomètre (la fibre) avec l'acétone (m_3) jusqu' au repère indiqué sur le pycnomètre et peser le tous (m_2) (**Figure 23**).

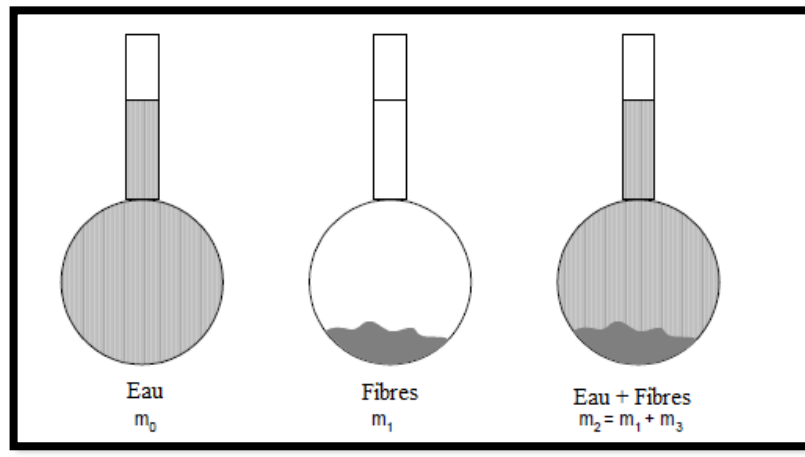


Figure 23: Procédé de mesure de la densité des fibres.

La densité est alors calculée via l'équation suivante :

$$\text{Densité \%} = \frac{m_1}{m_0 - m_3} \quad (\text{II.3}).$$

II.3.4. Mesure des longueurs et indice d'uniformité

La longueur moyenne des fibres a été mesurée manuellement par l'utilisation d'une règle comme suit : La longueur de 50 fibres a été mesurée, la longueur moyenne des fibres est calculée selon la formule suivante :

$$L_{\text{moyenne}} = \frac{\text{la somme des longueurs des fibre}}{\text{le nombre des fibre}} \quad (\text{II.4})$$

L'Indice d'Uniformité (IU) a également été calculé d'après la formule suivante :

$$IU = \frac{\text{longueur moyenne de toutes les fibres de l'échantillon}}{\text{longueur moyenne de la moitié supérieure des fibres de l'échantillon}} \quad (\text{II.5})$$

II.4. Caractérisations chimiques des fibres

La composition chimique de cette fibre a été déterminée suivant le protocole proposé par A. K. VARMA et P. MONDAL. [59] et dont la procédure détaillée est comme suit :

II.4.1. Détermination du taux des extractibles

- ✓ Un échantillon sec des fibres de masse (m_0) a été introduit dans un bécher avec un mélange de méthanol/dichlorométhane (50 :50),
- ✓ Le mélange est chauffé pendant 60min à 40°C.
- ✓ Après filtration l'échantillon végétal est séché dans une étuve à 100°C jusqu'à stabilisation de sa masse pendant 3h, après refroidissement dans un dessiccateur le résidu est pesé (m_1).

Le taux d'extractibles est alors calculé comme suit :

$$E\% = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (\text{II.6})$$

II.4.2. Détermination du taux de l'hémicellulose

Le taux de l'hémicellulose a été déterminé pour deux concentrations en NaOH (4% et 8%).

- ✓ Le résidu (m_1) est mélangé à une solution de NaOH 4% et aussi à NaOH, 8%).
- ✓ Les mélanges respectifs sont portés à ébullition pendant 60 min.
- ✓ Les échantillons sont ensuite filtrés et lavés plusieurs fois avec l'eau distillée jusqu'à la neutralité du pH.
- ✓ Après séchage à 100°C. et refroidissement les échantillons, sont pesés (m_2) respectivement pour chaque traitement.
- ✓ Le taux d'hémicellulose est calculé par la relation suivante :

$$M\% = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad (\text{II.7})$$

II.4.3. Détermination du taux de la lignine [60]

La détermination du taux de la lignine est réalisée comme suit :

- ✓ La biomasse sèche 320 mg a été placée au contact de 2,5 mL d'acide sulfurique (72 %).
- ✓ Le mélange est placé dans un bain thermostat à 30°C pendant 1 heure et régulièrement agité à l'aide d'une baguette en verre.
- ✓ 76 ml d'eau distillée est ensuite ajouté pour atteindre une concentration de 4 % en acide sulfurique. L'ensemble est chauffé pendant 1 heure à 100°C.
- ✓ Après refroidissement, le précipité (insoluble dans l'acide) est filtré. Et séché dans l'étuve à 100°C puis pesé après stabilisation de sa masse.

Le taux de la lignine est calculé de la manière suivante :

$$L\% = \frac{\text{masse du précipité sec}}{\text{masse sèche de l'échantillon initiale}} \times 100 \quad (\text{II.8})$$

II.4.4. Détermination du taux de cellulose [59]

Le taux de cellulose est donné comme suit :

$$C(\%) = 100 - (\text{taux d'extractives} + \text{taux d'hémicellulose} + \text{taux de la lignine}) \quad (\text{II.9})$$

II.5 Caractérisations qualitative et morphologie des fibres

II.5.1. Caractérisation morphologique des fibres par Microscopie optique

L'observation de l'aspect des fibres des orties a été réalisée par la microscopie optique qui est une approche simple d'utilisation pour l'observation de l'état de surface des fibres. Un microscope optique Zeiss a été utilisé avec un grossissement 40 (**Figure 24**).



Figure 24: Microscopie optique ZEISS West Germany.

II.5.2. Spectroscopie Infrarouge(IRFT)

La spectroscopie infrarouge (I.R.) est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs énergies vibrationnelles. En effet, le rayonnement I.R. excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon. Pour l'identification qualitative des fibres végétales et des films biocomposites correspondants nous avons utilisé un spectrophotomètre (FTIR) de marque Shimizu a été utilisé (**Figure 25**).

Les mesures de spectroscopie infrarouge (I.R) sont réalisés sur par transformée de Fourier assisté par un microordinateur. Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles du KBr sec. Il s'agit d'un mélange d'une petite quantité (~5% en masse) de fibres préalablement broyée (traitées, bouillies ou brutes) à 95% en masse de bromure de potassium (KBR). Le KBR finement pulvérisé et sec. Le mélange est comprimé sous 80kn et pendant quelques minutes avec une presse hydraulique par infrarouge .



Figure 25: Spectroscopie IR-ATR.

II.6. Mise en œuvre des biocomposites à base de fibres d'orties (*urtica dioica*, et *urtica pilulifera*)

II.6.1. Elaboration des films biocomposites

La mise en œuvre des bio composites a été réalisée par voie fondue, comme suit :

- ✓ Une masse du polymère (PLA) de 500mg a été additionnée à du chloroforme (15ml) le mélange a été mis sous agitation modérée pendant 24h, à température ambiante.
- ✓ Le mélange PLA chloroforme est coulé sur la charge en fibre d'orties (Le taux de charge a été fixé à 30%).

- ✓ Les fibres respectives de chaque type d'ortie et extraites avec trois types de méthodes (l'eau de mer, ultrason, et manuelle) ont été disposés dans des boîtes de pétries pour être imprégnées avec le bio polymère sous sa forme liquide (**Figure 26.1**).
- ✓ Le bio polymère PLA fondu est versé délicatement sur les différents échantillons de fibres.
- ✓ Les échantillons fibres d'orties (PLA) ont été séchés à l'air libre jusqu'au décollement du film biocomposite fibres d'orties (PLA) (**Figure 26.2**).

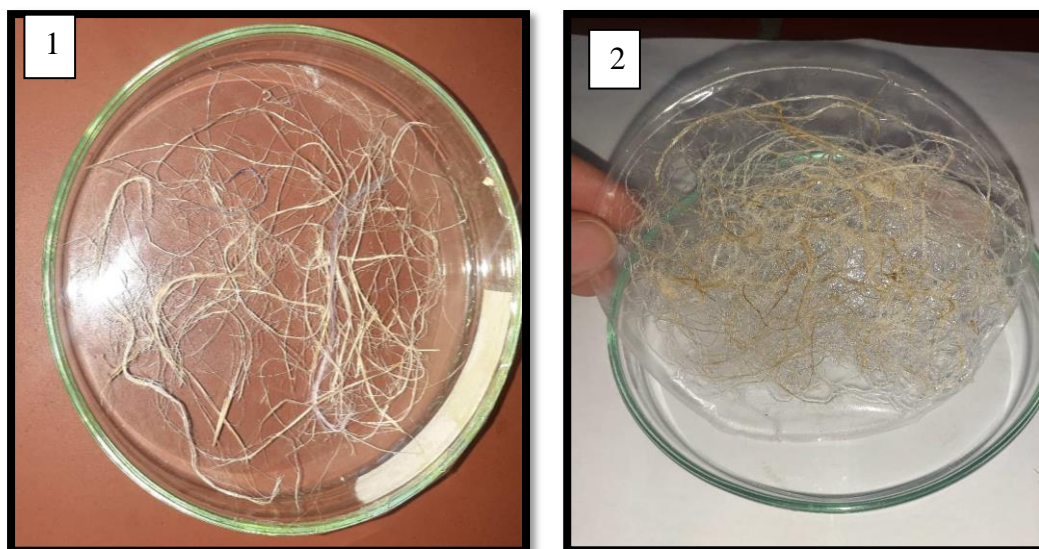


Figure 26: 1) disposition des fibres dans boîte de pétries, 2) film biocomposite fibres d'orties.

Tableau 8 : Code des fibres et des boicomposite corespondant.

Polymère	Ortie	Charge (30%)	Code
PLA	<i>Urtica dioica</i>	Fibre extraite eau de mer	PLA+ fibre extraite eau de mer
		Fibre extraite manuellement	PLA+ fibre extraite manuellement
		Fibre extraite ultrason	PLA+ fibre extraite ultrason
	<i>Urtica pilulifera</i>	Fibre extraite eau de mer	PLA+ fibre extraite eau de mer
		Fibre extraite manuellement	PLA+ fibre extraite manuellement
		Fibre extraite ultrason	PLA+ fibre extraite ultrason

II.6.2. Caractérisation qualitative des films biocomposites

II.6.2.1 Spectroscopie FTIR

L'analyse qualitative des films bicomposite (ortie-PLA) a été réalisée par spectrophotométrie FTIR avec un appareil Simadzu dans le domaine de 400 cm^{-1} à 4500 cm^{-1} avec 64 balayages (**Figure 27**).

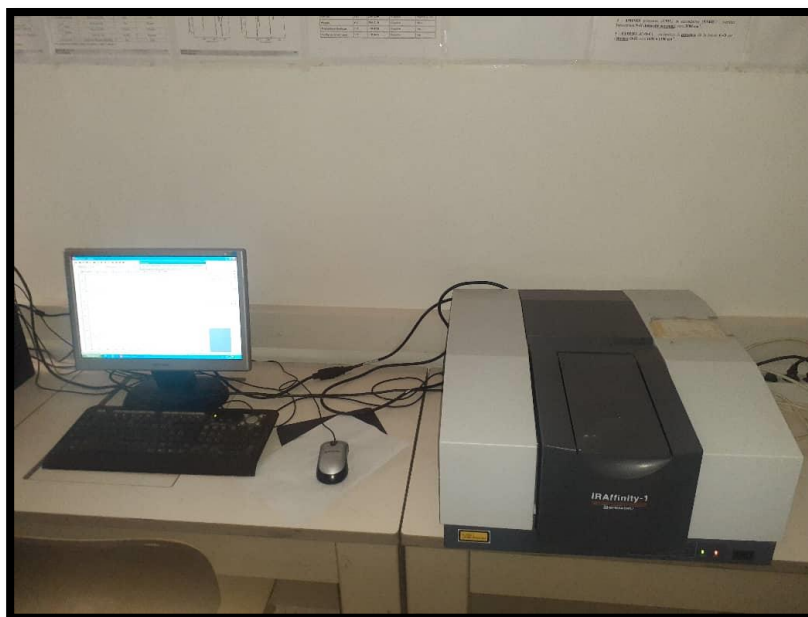


Figure 27: spectrophotométrie FTIR.

II.6.2.2. Test de gonflement (Absorption d'eau)

Dans cette étude, les expériences d'absorption d'eau ont été réalisées selon les conditions de la norme ASTM D570-98(2018). Les échantillons de biocomposites ont été préalablement séchés à 70°C jusqu'à stabilisation de leurs masses, puis refroidis dans un dessiccateur et pesés immédiatement à l'aide d'une balance. Les différents échantillons ont ensuite été immergés dans des béciers contenant de l'eau distillée. Après 24h, ils ont été retirés, essuyés et pesés. Cette opération a été refaite à intervalles réguliers de 24h jusqu'à stabilisation du taux d'absorption. Celui-ci étant calculé par l'équation suivante :

$$W\% = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \% \quad (\text{II.10})$$

II.6.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG) [59]

Cette analyse a été effectuée afin de déterminer la stabilité thermique des fibres avant et après les différents traitements, ainsi que celle des différents biocomposites. Deux appareillages ont été utilisés : Pour les fibres, l'appareil LINSEIS STA PT 1600, piloté par ordinateur a été utilisé sur une plage de températures allant de 22°C à 800°C, avec une vitesse de chauffe de 10°C/min. Pour les biocomposites, les thermogrammes ont été enregistrés à l'aide d'un appareil de type SETARAM TG-DTA 92-10, sur une plage de température allant de 20°C à 600°C, avec une vitesse de chauffe de 10°C/min en milieu inerte.

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Caractérisation des fibres d'ortie

III.1.1. Caractérisations physiques

III.1.1.1. Rendement des fibres extraites de la masse végétale

Le rendement des fibres d'orties extraites par différentes méthodes (manuellement, ultrason, rouissage à l'eau, rouissage à l'eau avec chauffage 50°, macération dans l'eau de mer) est présenté dans la (Figure 28).

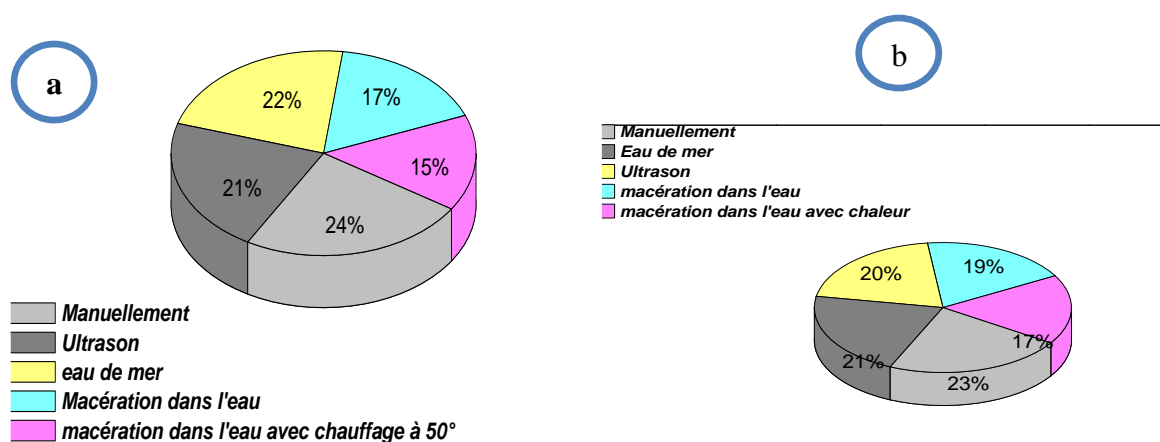




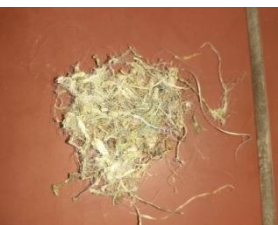







Figure 28: Rendement d'extraction dans les fibres d'orties (a) *urtica dioica*, (b) *urtica pilulifera*.

La comparaison du rendement des fibres extraites avec les différentes méthodes a clairement montré l'efficacité de la méthode d'extraction manuelle. Cette méthode présente la contrariété du temps et aussi la difficulté dans l'extraction des fibres. Contrairement à la méthode d'extraction manuelle, celle avec macération à froid dans l'eau de mer a présenté un bon rendement avec une facilité très apparente dans l'extraction des fibres de la masse végétale. L'utilisation de l'eau de mer comme solution d'extraction met en avant son aspect écologique [54]. L'extraction avec les ultrasons dans des fibres a donné aussi un bon rendement, quasi similaire à l'extraction avec l'eau de mer, néanmoins l'application de cette méthode à une échelle industrielle reste fastidieuse et coûteuse. L'extraction de la fibre avec l'eau de robinet en absence et en présence de température a donné respectivement 15% et 17% pour *urtica dioica* et 17% et 19% pour *urtica pilulifera*, cette dernière méthode d'extraction a un potentiel industriel mais pas très écologique pour la préservation de l'eau

potable. Les différentes méthodes d'extractions ont eu aussi un effet très remarqué sur l'aspect des fibres isolées des deux types d'orties *Urtica dioica* et *Urtica pilulifera* **Tableau 9**.

Tableau 9: Aspect des fibres isolées des deux type d'orties *Urtica dioica* et *Urtica pilulifera*.

Méthodes d'extraction	<i>Urtica dioica</i>	<i>Urtica pilulifera</i>
Manuellement		
Ultrason		
Rouissage à l'eau à température ambiante		
Eau de mer		
Rouissage à l'eau à température 50°C.		

Les fibres extraites manuellement ont présenté un aspect très lisse et soyeux et pour les deux types d'orties. Cette apparence fait d'elles des fibres très appréciés dans le domaine du textile [60]. Par contre l'aspect des fibres extraites avec les autres méthodes ne rivalise pas avec les fibres manuelles et par conséquent pas très recommandées pour le textile mais elles peuvent trouver beaucoup d'applications comme des biocomposites par exemple.

II.1.1.2. Taux d'humidité

Le taux d'humidité des fibres de *Urtica dioica* et *Urtica pilulifera* est présenté dans *Figure 29*.

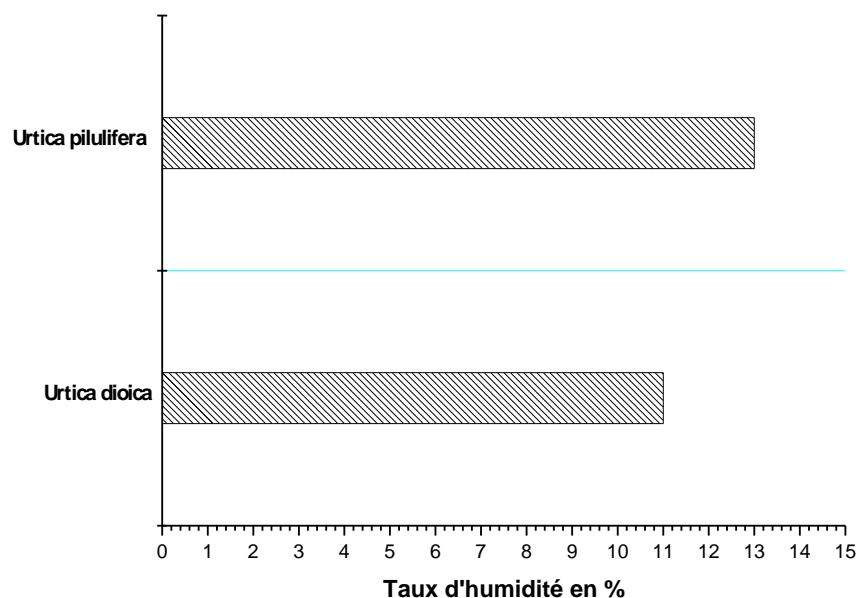


Figure 29: Le taux d'humidité dans les fibres de (*Urtica dioica*) et (*Urtica pilulifera*).

Le résultat présenté dans la **Figure 29** montre clairement que la différence du taux d'humidités des fibres des deux espèces d'ortie est assez faible, 13% pour *Urtica pilulifera* (échantillon pris à proximité d'un barrage) et 11% pour *Urtica dioica*, et cette différence peut être attribuée à la nature botanique de l'espèce et aussi à l'endroit de sa prolifération [60].

II.1.1.3. La densité

La densité des fibres deux espèces d'orties non traitée est représentée dans le tableau 10 trois mesures avec un pycnomètre ont été réalisées.

Tableau 10: La densité des fibres non traitées de (*Urtica pilulifera*) et (*Urtica dioica*)

Densité			
Fibre	Essais 1	Essais 2	Essais 3
<i>Urtica dioica</i>	0.3	0.32	0.36
<i>Urtica pilulifera</i>	0.76	0.8	0.75

La tige de *Urtica pilulifera* contient des fibres avec une densité beaucoup plus importante (0.77) que les fibres de la tige *Urtica dioica* (0.32) et cette différence de densité peut être attribuée à la nature botanique des deux espèces [58].

II.1.1.4. Les longueurs et l'indice d'uniformité

Les longueurs moyennes et les indices d'uniformité des fibres extraites des deux espèces d'orties et avec les différentes méthodes d'extraction sont présentés dans **Tableau 11**.

Tableau 11: Les longueurs moyennes et les indices d'uniformité des fibres extraites des deux espèces d'orties.

Longueurs					
Fibre	Manuellement	Rouissage à l'eau	Eau de mer	Ultrason	R. à eau avec chauffage 50°C
<i>Urtica dioica</i> (cm)	18.83	11.14	9.50	9.28	10.34
<i>Urtica pilulifera</i> (cm)	16.84	9.16	8.75	8.69	9.08
Indices d'uniformité					
Fibre	Manuellement	Rouissage à l'eau	Eau de mer	Ultrason	R. à eau avec chauffage 50°C
<i>Urtica dioica</i>	0.98	0.95	0.88	0.82	0.92
<i>Urtica pilulifera</i>	0.99	0.97	0.89	0.85	0.96

Les longueurs : Il a été constaté que les fibres extraites *Urtica dioica* avec les différentes méthodes d'extractions **Tableau 11** sont plus longues que les fibres *Urtica*

pilulifera et l' extraction manuelle particulièrement a donnée des fibres de 19cm environ et pour *Urtica pilulifera* 17 cm, les autres techniques d' extractions (Rouissage à l'eau en absence et présence de température, Eau de mer, Ultrason) ont données aussi des fibres avec des longueurs intéressantes et un temps d' extraction plus court contrairement à l' extraction manuelle.

L'indice d'uniformité(IU) : il a été remarqué qu'il n'y a pas une différence marquée dans l'indice d'uniformité (IU) des fibres de *l'Urtica pilulifera* et *l'Urtica dioica*. Conformément aux résultats du **Tableau 11** il a été aussi constaté que la méthode d'extraction n'a pas une influence conséquente sur l'indice d'uniformité des fibres contrairement à leurs longueurs.

II.1.2. Caractérisation chimique

La composition chimique des fibres végétales est un paramètre très important dans la détermination des propriétés de ces fibres. Les constituants chimiques des fibres de des deux types d'orties obtenues dans des conditions optimales sont les extractives, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine [59].

II.1.2.1. Le Taux d'extractives

Le taux d'extractive des fibres extraites de (*Urtica dioica*) et (*Urtica pilulifera*) avec les différentes méthodes d'extractions est présenté dans la **Figure 30**.

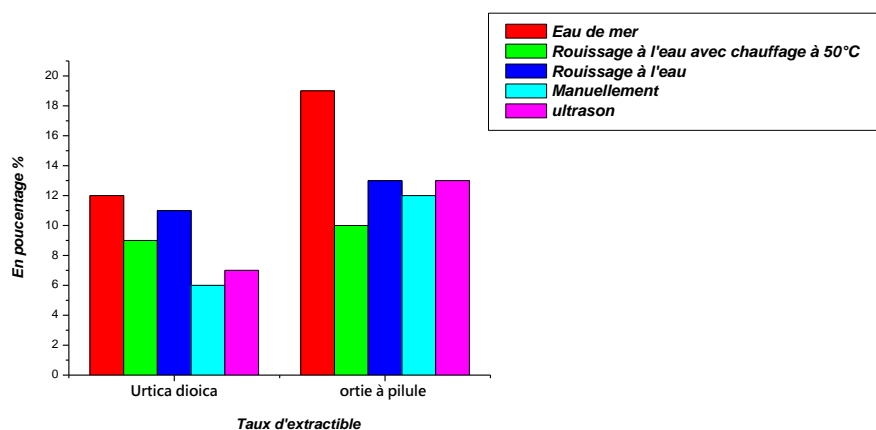


Figure 30: Le taux d'extractive des fibres extraites de (*Urtica dioica*) et (*Urtica pilulifera*) avec les différentes méthodes d'extractions

- ✓ Dans les fibres *d'Urtica pilulifera* extraite avec l'eau de mer le taux d'extractives est plus important (19%). Les extractifs contenus dans les fibres extraites par ultrasons (13%) de même grandeur que le rouissage à l'eau (13%), suivi par celles obtenues manuellement et avec rouissage à l'eau en présence de la température.
- ✓ Pour *d'Urtica dioica* il a été remarqué que le taux des extractives ne dépasse (12%) pour les fibres extraites avec l'eau de mer le taux le plus bas a été constaté pour les fibres extraite manuellement (6%).
- ✓ Une comparaison des taux d'extractives contenus dans les deux espèces, montre clairement que le taux des extractives dans les fibres de (*Urtica pilulifera*) est plus important que (*Urtica dioica*) et pour les différentes les méthodes d'extractions, cette différences peut être attribuée à la nature de l'espèce [63].

II.1.2.2. Taux d'hémicellulose

Le taux d'hémicellulose des fibres extraites *d'Urtica dioica* et *d'Urtica pilulifera* avec les différentes méthodes d'extractions avec NaOH (4% et 8%) sont présenté dans la **Figure 31** et **Figure 32**.

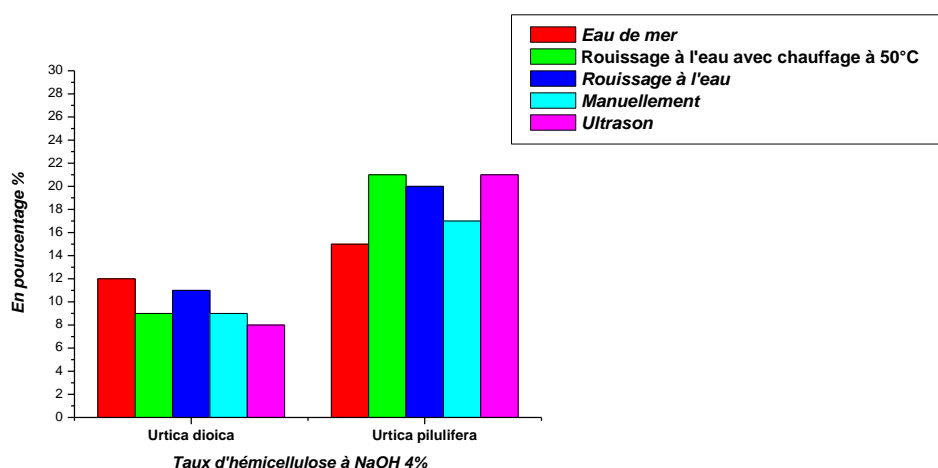
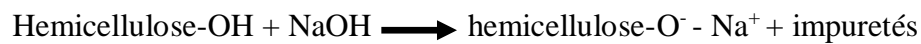


Figure 31: Le taux d'hémicellulose des fibres extraites *d'Urtica dioica* et *d'Urtica pilulifera* avec les différentes méthodes d'extractions avec NaOH 4%.

Les résultats représentés dans la **Figure 31** montrent clairement que le taux d'hémicellulose avec un traitement avec NaOH (4%) dans les fibres extraites avec l'ensemble des méthodes *d'Urtica pilulifera* est plus important que *Urtica dioica*, ou pour

la première espèce le plus grand taux a été trouvé pour ultrason (21%) et rouissage à l'eau (20%) et le taux le plus bas est constaté pour celles extraites avec l'eau mer (15%). pour la seconde espèce *Urtica dioica* le plus grand taux de hémicellulose qui ne dépasse (12%) dans les fibres extraites avec le taux le plus bas est constaté dans les fibres obtenues par ultrason (8%). La littérature a décrit que Le taux de Hémicellulose dans la fibre de *urtica dioica* est de 06,80% en poids [64]. La réaction suivante se produit à la suite d'un traitement alcalin :



Dans cette structure, les groupes OH de la cellulose sont convertis en groupes O⁻ - Na⁺, permettant d'élargir les dimensions de molécules. Un rinçage ultérieur avec de l'eau va supprimer les ions Na⁺ liés. Cette étude comparative montre clairement que la méthode d'extraction à une influence très remarquable sur la composition chimique de la fibre entre autre de l'hémicellulose dans ce cas [65].

Pour mettre en évidence l'effet de la concentration en NaOH sur l'extraction de hémicellulose contenue dans les fibres, le traitement de ses dernières avec NaOH (8%) à clairement révélé l'influence de ce paramètre, où il a été remarqué une nette amélioration dans taux d'extraction de cette dernière et dans l'ensemble des fibres obtenues avec les différentes méthodes d'extraction. Cette différence est flagrante chez *l'urtica dioica* ou il a été constaté que le taux de l'hémicellulose passe de 15% pour NaOH (4%) à 27% pour NaOH (8%), idem pour les fibres extraites avec les autres méthodes. Une augmentation aussi intéressante du taux de l'hémicellulose a été remarquée chez *Urtica pilulifera* pour la même concentration de NaOH (8%) (Figure 32). Les résultats obtenus pour la variation de ce paramètre dans cette étude coïncide avec les résultats des travaux de (M.Kabir, et al 2012) [66] sur la fibre de *l'urtica dioica*.

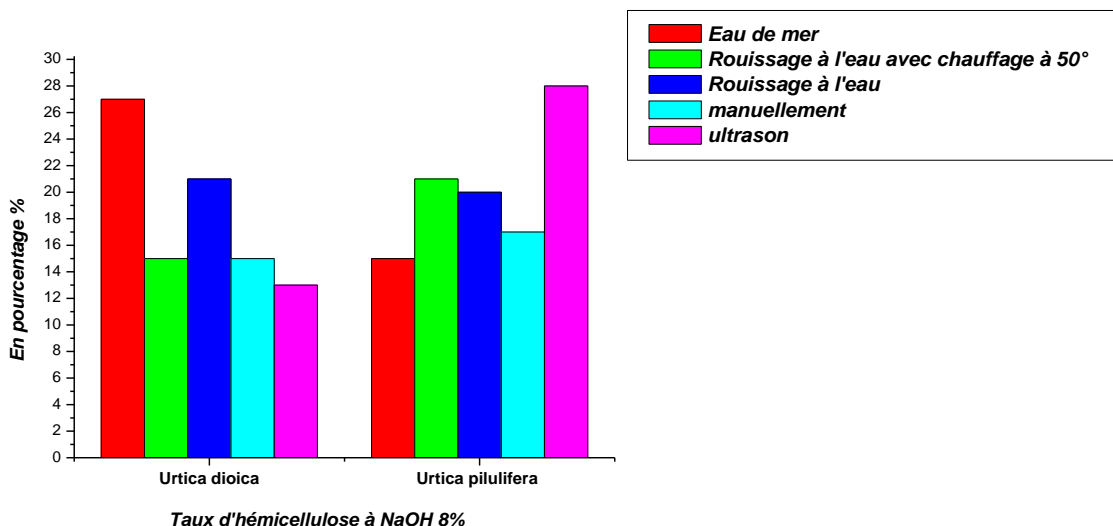


Figure 32: Taux d'hémicellulose des fibres extraites avec différentes méthodes à NaOH 8%.

II.1.2.3. Taux de la lignine

La composition chimique, peut aider à déterminer les propriétés et les utilisations finales des fibres. Le taux de lignine des fibres extraites d'*Urtica dioica* et d'*Urtica pilulifera* avec les différentes méthodes d'extractions est présenté dans la (Figure 33).

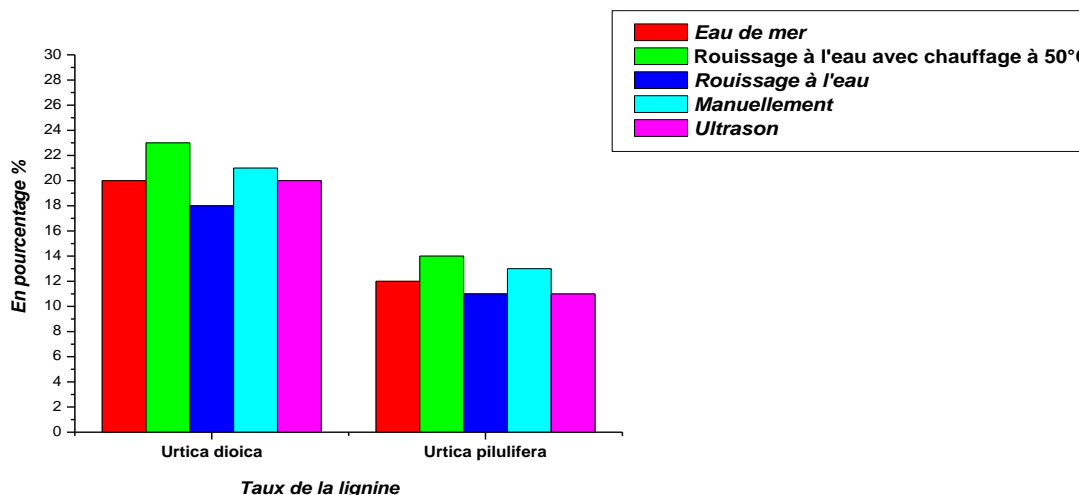


Figure 33: Le taux de lignine des fibres extraites d'*Urtica dioica* et d'*Urtica pilulifera* avec les différentes méthodes d'extractions.

L'analyse des résultats de la (Figure 32) montre clairement qu'une espèce urtica contient un taux de lignine plus important que sa congénère *Urtica pilulifera*, cette différence est constatée pour les différentes méthodes d'extractions utilisées. La littérature a décrit que Le taux de lignine dans la fibre d'*urtica dioica* est de 07,19% en poids. [64] De par sa présence la lignine facilite la réactivité, permettant ainsi une meilleure réponse à des modifications chimiques telles que l'acétylation [67].

II.1.2.4. Taux de la cellulose

Le taux de cellulose des fibres urticacées (*urtica dioica* et *urtica pilulifera*) est présenté dans les (Figure 34) et (Figure 35).

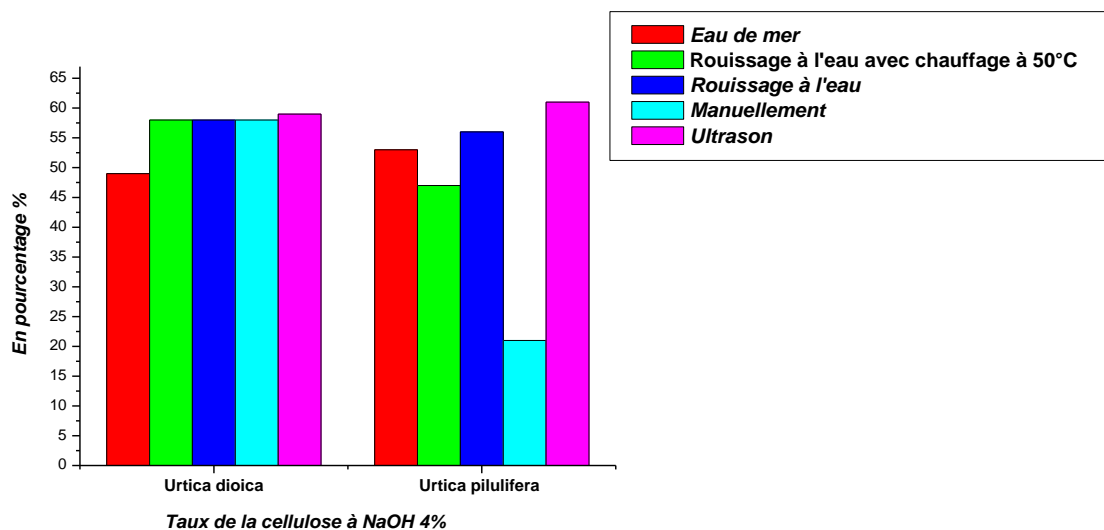


Figure 34: Le taux de cellulose des fibres extraites d'*Urtica dioica* et *Urtica pilulifera* avec les différentes méthodes d'extractions NaOH 4%.

- ✓ Pour *l'urtica dioica*, le taux de cellulose dans les fibres d'orties est importants avec des pourcentages qui varient entres (49 et 59%) et selon les méthodes d'extraction.
- ✓ Pour *l'urtica pilulifera*, le taux de cellulose le plus important a été trouvé dans les fibres extraites avec ultrasons (61%), les fibres extraites avec l'eau de mer présentent

elles aussi un taux intéressant en cellulose (56%) mais moins écologique en comparaison avec celle de l'eau de mer. Le rouissage à l'eau (53%), et l'extraction manuelle (18%). La littérature a décrit que la fibre d'ortie est constituée d'un pourcentage important en cellulose (85 ,93%) en poids ce qui justifié sa nature hydrophile et sa solidité. [64]

- ✓ Comme l' hémicellulose la cellulose des fibres d'orties aussi subit l'influence de la variation de la concentration de NaOH, et cette influence est représentée sur la (**Figure 35**)

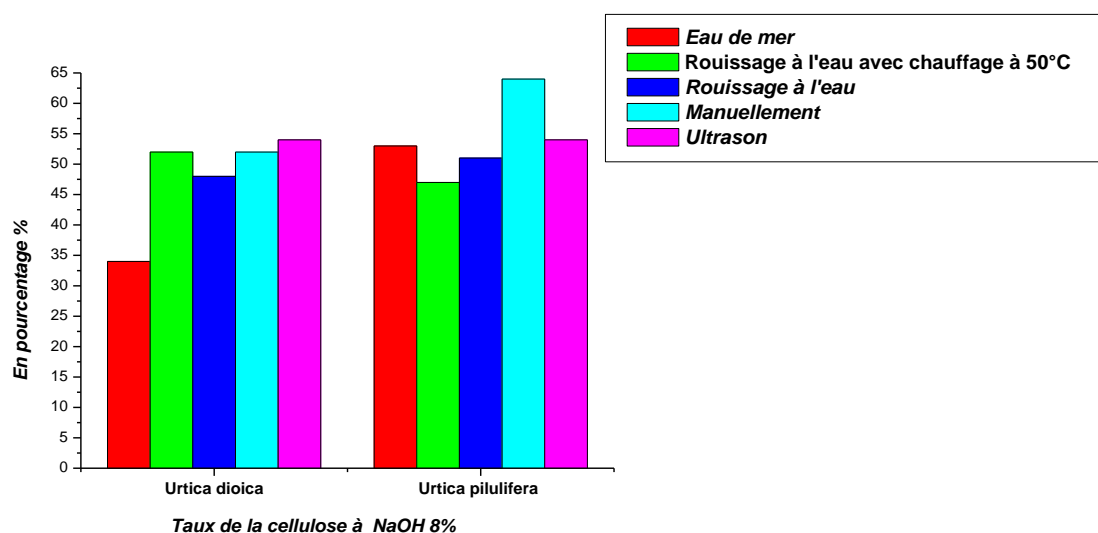


Figure 35: Le taux de cellulose des fibres extraites *d'Urtica dioica* et *Urtica pilulifera* avec les différentes méthodes d'extractions à NaOH 8%.



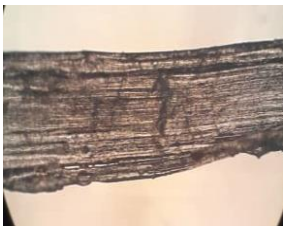

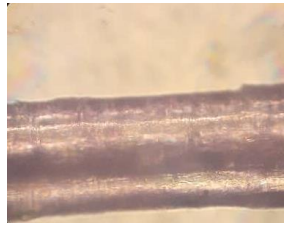



Comme l' hémicellulose, la cellulose est affectée par la concentration de la soude. Le traitement des fibres extraites avec les différentes méthodes avec NaOH (8%) à clairement révélé l'influence de ce paramètre, où il a été remarqué une amélioration dans le taux d'extraction de cette dernière et dans l' ensemble des fibres obtenues avec les différentes méthodes d'extraction. Cette différence est dépassé les 30% en cellulose comme valeur minimale dans les fibres *d'Urtica dioica* et atteint les 65% dans les fibres *Urtica pilulifera* extraites manuellement (**Figure 35**). Une teneur plus élevée de cellulose conduit à une rigidité supérieure et, par conséquent, la fibre sera plus appropriée pour le renforcement des résines [68].

II.1.3. Caractérisation structurale

II.1.3.1. Analyse morphologique à la microscopie optique

L'Analyse morphologique avec une microscopie optique des fibres *d'Urtica dioica* et *Urtica pilulifera* extraites manuellement avant est après traitement chimique avec un grossissement ($\times 40$) est représentée dans le **Tableau 12**.

Tableau 12: L'Analyse morphologique des fibres *d'Urtica dioica* et *Urtica pilulifera* extraites manuellement avant est après traitement chimique.

Type d'ortie	Fibre sans traitement	Fibre après traitement DMC/MET OH	Fibre après traitement avec NaOH	Fibre après traitement avec acide sulfurique
<i>Urtica dioica</i>				
<i>Urtica pilulifera</i>				

- ✓ Les fibres des deux espèces sans traitement présente une surface lisse avec des amas de matière (pectine, hémicellulose, cellulose, lignine ...).
- ✓ Les fibres d'ortie (*dioica*, *pilulifera*) après traitement avec dichlorométhane et méthanol (50 :50) il a été constaté une diminution du diamètre des fibres après extraction des extractives comme la pectine, la chlorophylle, les cires.
- ✓ Après traitement avec le NaOH. Il a été remarqué sur les photographies une modification de la surface des fibres avec une apparence plus rugueuse après l'extraction de l'hémicellulose et aussi une partie de la cellulose.

- ✓ Par contre le traitement avec l'acide sulfurique à complètement détruit la fibre d'urtica dioica contrairement à la fibre *d'urtica pilulifera* qui semble présentée une résistance morphologique à l'attaque acide, et ceci et peut être due à la une particularité chez cette espèce.

La lignine confère le support structural, 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 [69].

L'analyse de surface avec un microscope optique est une première approche simple d'utilisation pour avoir une idée sur l'état de surface des fibres, cette analyse doit être complétée et les constatations confirmées avec une analyse de surface avec microscope à balayage électronique (MEB)

II.1.3.2. Analyse structurale par spectroscopie infra-rouge (IR-ATR)

L'analyse par la spectroscopie infrarouge permet d'analyser les fonctions chimiques présentes dans les fibres d'orties, et ce par la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques correspondante, les spectres IR des fibres de d'urtica pilulifera et d'urtica dioica avec et après traitement chimique sont :

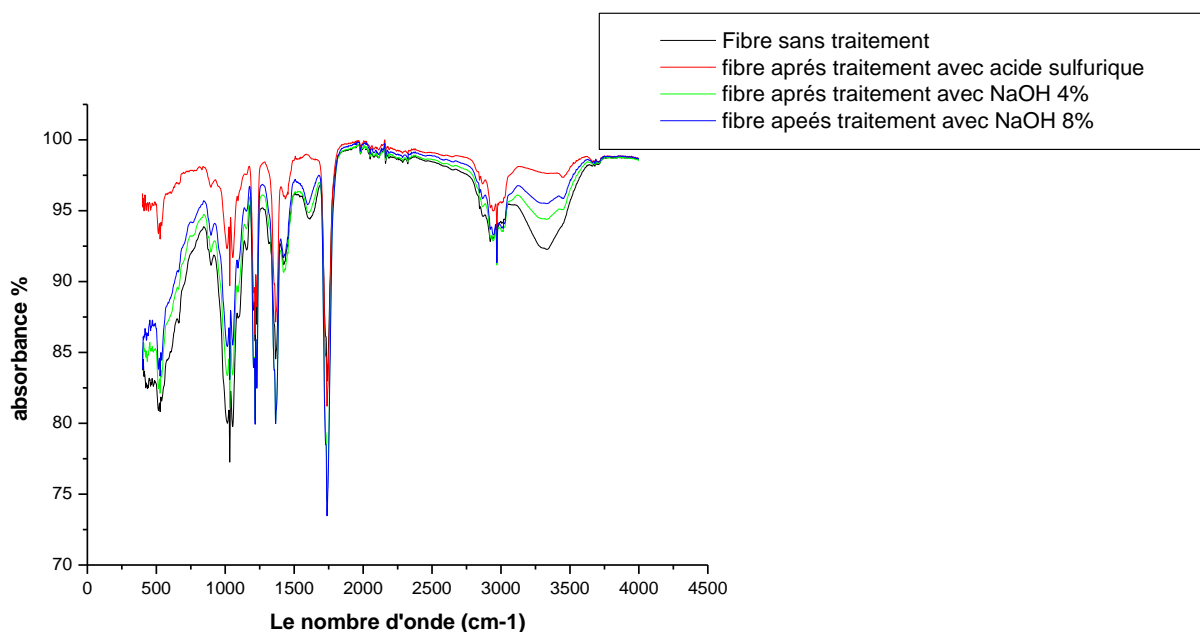


Figure 36 : Spectres IR(FTIR) des fibres urtica dioica avant et après traitement.

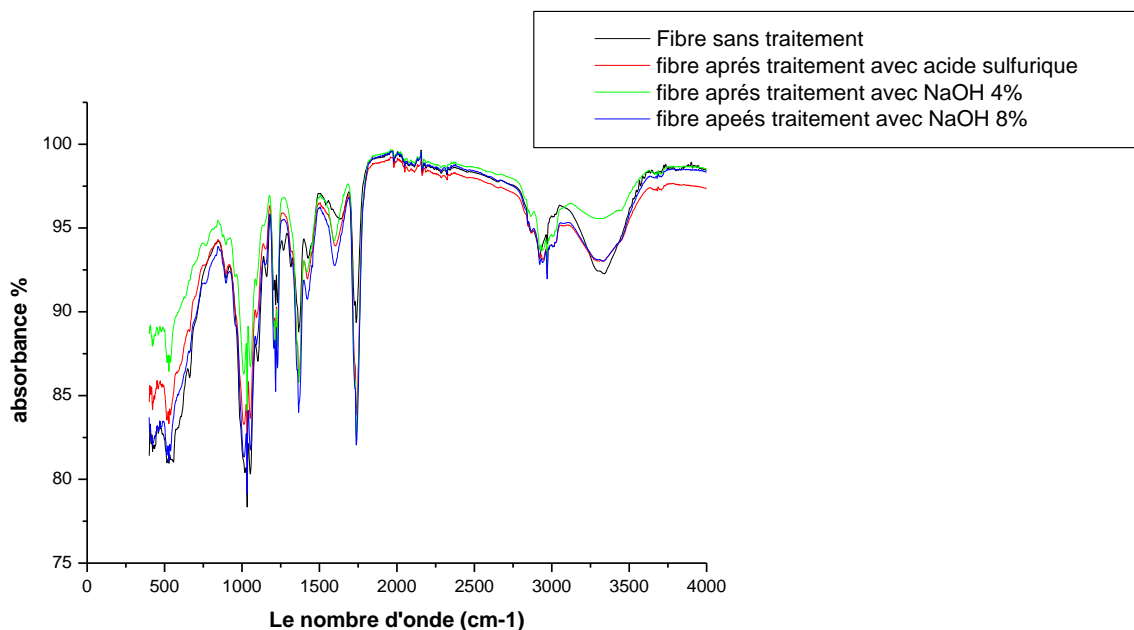


Figure 37 : Spectres IR(FTIR) des fibres *urtica pilulifera* avant et après traitement.







- Le premier pic situé à 3300 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyle contenus dans la cellulose. Son intensité diminue dans le cas de la fibre traitée avec NaOH comparée à fibres non traitées. De plus, la bande s'élargit. Cela indique que le nombre d'OH a diminué après le traitement et que les restants sont libres.
- Le deuxième situé à 2889 cm^{-1} est attribué aux vibrations d'élongation des CH aliphatiques contenus dans les composés organiques de la fibre.
- L'analyse des deux spectres montre un pic à environ 1700 cm^{-1} caractérisant les vibrations C=O des esters des hémicelluloses et des lignines, d'intensité plus élevée dans le spectre infrarouge des fibres d'orties brutes avant traitement ce qui signifie que les traitements effectués ont éliminé une bonne partie de ces esters des fibres traitées.

III.2.Caractérisation des biocomposites

III.2.1. Analyse microscopie

Les photographies des bio composites (PLA+ fibres d'orties) obtenues avec les fibres extraites *d'urtica pilulifera* et *d'urtica dioica* manuellement, par ultrasons et rouissage à l'eau de mer sont représentées dans le **tableau 13**.

Tableau 13 : photographies des bio composites (PLA+ fibres d'orties)

Composite	<i>Urtica dioica</i>	<i>Urtica pilulifera</i>
PLA+ fibre extraite avec eau de mer		
PLA+ fibre extraite manuellement		
PLA+ fibre extraite avec ultrason		

Les biocomposites (PLA+ fibre dioica manuelle) montre une bonne répartition des fibres fines de *urtica dioica* dans le film, chose qui n'a pas été obtenue avec les fibres de *d'urtica pilulifera*, le film biocomposites avec des fibres extraite avec l'eau de mer et par ultrasons présentent aussi un bel aspect, et la taille des fibres (diamètre) et plus importante.

III.2.2. Analyse structurale par spectroscopie infra-rouge (IR-ATR)

La structure chimique des biocomposites a été étudiée par IR-ATR. Les différents spectres obtenus sont représentés sur la **Figure 38** et **39**.

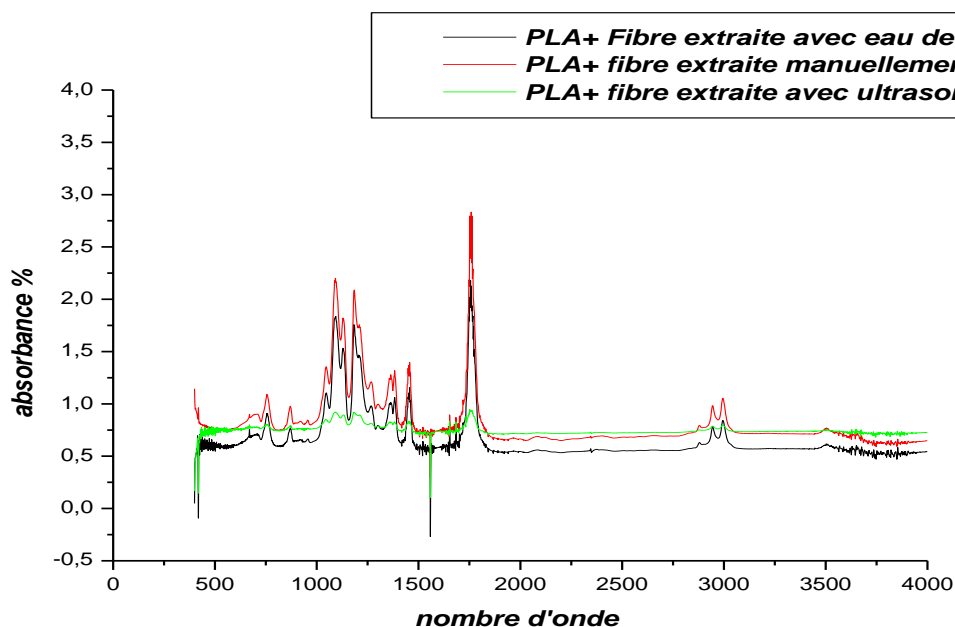


Figure 38 : spectres IR-ATR du PLA et *urtica dioica*.

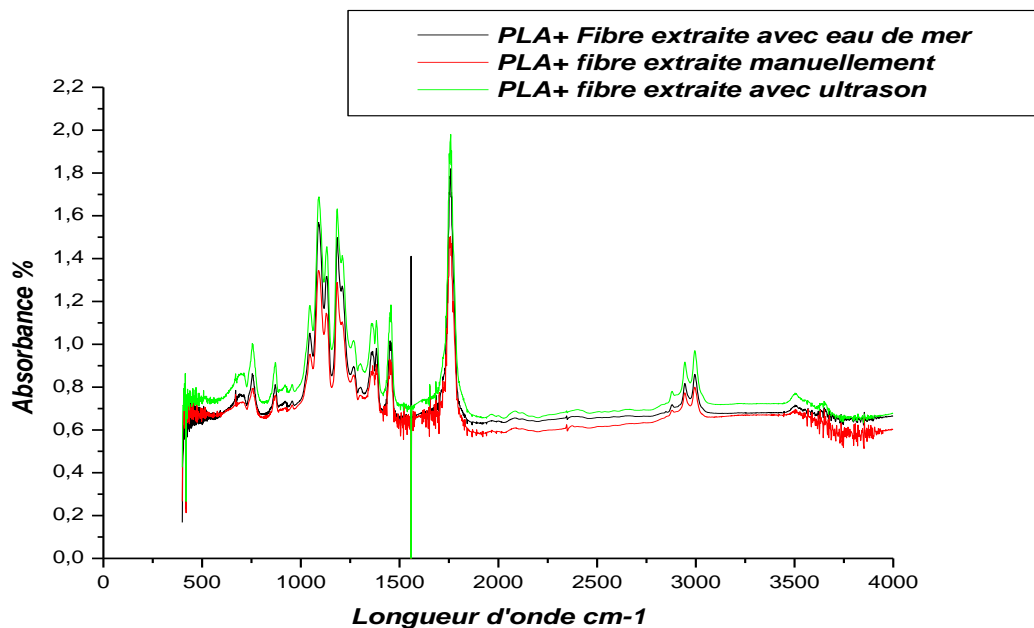


Figure 39 : spectres IR-ATR du PLA et *urtica pilulifera*.

On remarque sur les deux figures **Figure 38** et **39** que tous les pics caractéristiques se situent dans la région allant de 750 cm^{-1} à 1800 cm^{-1} .

- Le pic à 1720 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles contenus dans PLA
- Les pics à 1275 cm^{-1} , 1261 cm^{-1} et 1227 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'élongation des liaisons C—O—C formées entre le PLA et les fibres. Ils sont intenses dans le cas des fibres obtenues par rouissage à l'eau de mer et manuellement mais très faibles dans le cas des fibres obtenues par ultrasons (**Figure 38**).
- Par contre dans les biocomposites (PLA+fibre d'*urtica pilulifera*) Les pics à 1275 cm^{-1} , 1261 cm^{-1} et 1227 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'élongation des liaisons C—O—C formées entre le PLA et les fibres sont intenses dans le cas des fibres obtenues par rouissage à l'eau de mer et manuellement et aussi par ultrasons (**Figure 39**).

III.2.2. Absorption d'eau

La **Figure 40** et **41** Présentent les résultats des tests d'absorption d'eau. On constate que tous les biocomposites présentent un profil d'absorption croissant

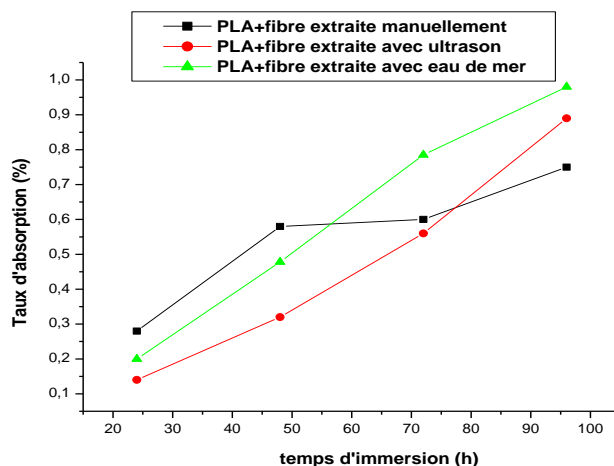


Figure 40 : Taux d'absorption d'eau de PLA/ fibres *Urtica dioica*

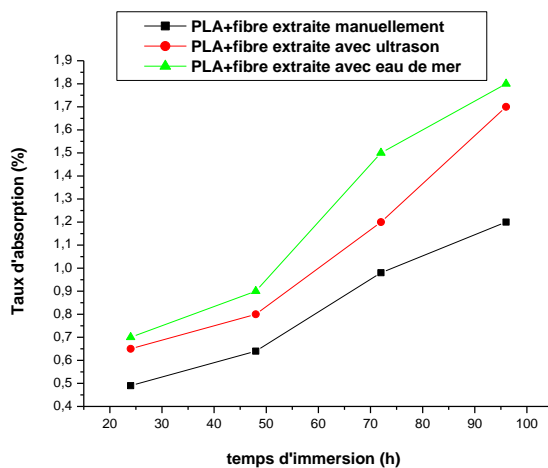


Figure 41 : Taux d'absorption d'eau de PLA/ fibres *Urtica pilulifera*.

Les résultats d'adsorptions montrent clairement que les biocomposites à base fibres de *Urtica pilulifera* et *Urtica dioica* extraites avec rouissage à l'eau de mer, par ultrasons et manuellement présentent un profil d'adsorption continuellement croissant avec le temps d'immersion. Et les biocomposites PLA+ fibre extraites avec eau de mer sont les plus hydrophiles.

Conclusion générale

Plusieurs travaux de recherche ont été réalisés sur les fibres naturelles en vue de leur utilisation dans les applications techniques comme renfort des matériaux composites, du fait qu'elles apportent des avantages écologiques, économiques et techniques.

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif l'élaboration des bio composites à base de PLA renforcés aux fibres de deux types d'orties *d'urtica pilulifera* et *d'urtica dioica* extraites avec différentes méthodes à savoir le rouissage à l'eau en absence et présence de température, le rouissage avec l'eau de mer pour trouver une alternative écologique qui pourrait remplacer le gaspillage de l'eau potable, et aussi le rouissage avec l'utilisation des ultrasons et ceci permet d'étudier l'effet de la méthode d'extraction sur la qualité des fibres, leurs compositions et l'aspect des bio composites correspondants. Le traitement alcalin des fibres avec une solution de NaOH (4%) et (8%) a aussi été réalisé. Les fibres obtenues avec les différentes méthodes ainsi que les bio composites correspondants ont été examinées par l'analyse IRTF et par microscope optique.

Compte tenu des résultats obtenus, nous pouvons conclure que :

- ✓ les photographies avec le microscope optique des fibres *d'urtica pilulifera* et *d'urtica dioica* extraites avec différentes méthodes d'extraction ont montré, que le traitement alcalin a permis de réduire la quantité d'hémicellulose et de rendre donc la surface rugueuse. Quant aux biocomposites, les micrographies ont montré qu'il y a une meilleure adhésion des fibres *d'urtica dioica* extraites manuellement à la matrice.
- ✓ Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la fibre d'orties a changé après traitement. Cette modification a été montrée par la disparition des pics à 1738cm^{-1} et 1246cm^{-1} après le traitement alcalin. Tandis que sur les spectres des biocomposites, l'augmentation de l'intensité des pics des C—O—C indiquant l'efficacité des traitements.

A la lumière de ces conclusions, il est intéressant de recommander de :

- ✓ Réaliser des tests mécaniques (traction, flexion) afin de mieux investiguer la performance mécanique des biocomposites élaborés.
- ✓ Optimiser les traitements effectués et suivre leur impact.
- ✓ l'évaluation de la stabilité et des propriétés thermiques par ATG.

- ✓ La caractérisation rhéologique de différentes formulations des biocomposites
Une Analyse morphologique au microscope électronique à balayage (MEB)
des fibres d'orties et des biocomposites correspondants

- [1]. Malha. M, 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]. Barkoula. N.M, Garkhail. S.K Peijs, Biodegradable composites based on flax/polyhydroxybutyrate and its copolymer with hydroxyvalerate, *Ind.Crops Prod*, 31:34– 42, (2010).
- [3]. Bouaoun. L, Aissat. S, Matériaux biocomposites à base de polylactide (PLA) et fibres végétales (fibres d'ortie), Université de Bejaia, (2020).
- [4]. Huang. G, Nettle (*Urtica cannabina L*) fibre: properties and spinning practice, *Journal of Textile Institute*, vol. 96, no. 1, pp. 11-15, (2005).
- [5]. Mortazavi. S Majid and Moghaddam M.Kamali, An Analysis of Structure and Properties of a Natural Cellulosic Fiber (Leafiran), *Fibers and Polymers*, vol.11, no. 6, pp. 877-882,(2010).
- [6]. Adil Sbiai, Matériaux Composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres, Thèse De Doctorat, Lyon, (2011).
- [7]. Bledzki. A. K and Jochen Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres *Progress in polymer science*, 221-274:24.2 (1999).
- [8]. 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).
- [9]. Safia Hamoudi, en remplacement de Khaled Belkacemi, directrice de recherche, Saïd Elkoun, codirecteur de recherche, Extraction et prétraitement de fibres naturelles de lin par une approche enzymatique combinée au CO₂ supercritique, Hervé Mayamba Nlandu, P 11(2019).
- [10]. Thu. Nga, Ho. Thi, étude de l'influence de la temperature et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco, Thèse de doctorat, Ecole de technologie supérieur, Université de Quebec, Montréal, (2008).

- [11]. Bledzki. A.K. and Gassan. J, Composites reinforced with cellulose based fibers, Progress in polymer science, vol. 24, pp. 221-274, (1999).
- [12]. Dallel Mohamed, Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace (Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles), Mulhouse, France, (2012).
- [13]. Slah Msahli, Etude de potentiel Textile des Fibres d'agaves *Americana* L, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, Mulhouse- France, (2002).
- [14]. Meirhaeghe C, Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France, Etude réalisée pour le compte de l'ADEME par Fibres Recherches Développement, Mars (2011).
- [15]. Bledzki. A.K and Gassan. J, Composites reinforced with cellulose based fibres, progress in polymer science, vol. 24, no. 2, pp. 221-274, (1999).
- [16]. Lewin Menachem, Other Long Vegetable Fibers: Abaca, Banana, Sisal, Henequen, Flax, Ramie, Hemp, Sunn, and Coir Handbook of Fiber Chemistry, in Handbook of fiber science and technology, 3rd ed., Taylor and Francis, Ed., p. 485, Ed., (2007).
- [17]. Smole. M, Sfiligoj Hribernik. S, Kleinschek. K, Stana, and T. Kreže, Plant Fibres for Textile and Technical Applications in Advances in Agrophysical Research, INTech, Ed. Slovenia, ch. 15, pp. 371-372, (2013).
- [18]. Stamm Alfred J, Thermal degradation of wood and cellulose, Indus & Eng Chem, vol. 48, no. 3, pp. 413-417, (1956).
- [19]. Kim. D.Y, Nishiyama. Y, Wada. M, Kuga. S, and Okano. T, Thermal decomposition of cellulose crystallites in wood, Holzforschung, vol. 55, no. 5, pp. 521-524, (2001).
- [20]. Charle. K, Morvan. C, J. Bréard, J.P. Jernot, M. Gomina, Etude morphologique d'un composite naturel la fibre de lin : revue des composites et des matériaux avancés, Vol 16, pp 11-24, (2006).
- [21]. Rowell. R.M. Composite Materials from Agricultural Resources Olsen, Ole; Rexen, Finn; Larsen, Jorgen, eds, Research in industrial application of non food crops plant fibers: Proceedings of a seminar Copenhagen, Denmark. Linkboy, Denmark Academy of Technical Science: 27-41 (1995).

- [22]. Bledzki. A.K, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Prog. Polym. Sci.* 24 221–274, (1999).
- [23]. Rowell. R.M, James. S. Han, and Jeffrey. S, Characterization and Factors Effecting Fiber Properties, *Natural Polymers and Agrofibers Composites*, pp. 115-134, (2000).
- [24]. Thomas. S, Paul. S A, Pothan. L. A, and Deepa. B, Natural Fibres: Structure, Properties and applications, in *Cellulose Fibers Bio and Nano-Polymer Composites* springer, Ed. Berlin Heidelberg New York Springer Berlin Heidelberg, pp. 3-42 , (2011).
- [25]. Murali Mohan Rao. K, Extraction and tensile properties of natural fibres: Vakka, date and bamboo, *Compos Struct*, vol. 77, no. 3, pp. 288-295, (2007).
- [26]. Tarig, Osman, Khider, Safa, Omer, Alkaline Pulping of *Typha domingensis* Stems from Sudan, *World Applied Sciences Journal*, vol. 16, no. 3, pp. 331-336, (2012).
- [27]. Imed Ben Marzoug, Caractérisation et modification des fibres d'alfa en vue de leur utilisation en application textile, Thèse de doctorat, L'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, Tunisie, (2010).
- [28]. Liu. L, Han Y. L, and Zhang X. R., Research on the spinnability of the renewable cattail fiber, *Advanced Materials Research*, vol. 332-334, pp. pp 192-195, September (2011).
- [39]. Eva Rogge, Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles, Mastère, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA), Faculteit Ingenieurswetenschappen (UGent), (2009 – 2010).
- [30]. Aida ZAABAR, Utilisation de l'extrait de la plante d'ortie (*Urtica Dioica*) comme inhibiteur de corrosion de l'acier dans les milieux HCL 0.5M et NaCL 3%, thèse doctorat, université Bejaia, P 33(2010).
- [31]. Salah. N, Miller. N, Paganga. G, Tijburg. L, Bolwell. G, Schaffner. W. Les plantes médicinales et leurs propriétés, *Manuel d'herboristerie*, Delachaux et Niestlé. 215p,(1992).
- [32]. Moutsie, L'ortie une amie qui vous veut du bien, l'encyclopédie d'utovie, Edition d'utovie (2008).
- [33]. Tissier. Y, Les vertus de l'Ortie. Tredaniel. Le Courrier du Livre. France, (2011).
- [34]. Bertrand B, Les secrets de l'Ortie, De Terran, Vol. 1. Le compagnon végétal, (2010).

- [35]. Moutsie, L'ortie : une amie qui vous veut du bien, Utovie éd (2002).
- [36]. Delvaile. A, Toutes les vertus d'un produit miracle: l'ortie. Artemis. Losange(2013).
- [37]. Chevallier. A, Le Spécialiste: Les plantes médicinales, Gründ, Le spécialiste (2013).
- [38]. Bézanger. L, Pinkas. M, Torck. M et Trotin. F, Plantes médicinales des régions tempérées. Maloine, (1996).
- [39]. Moro Buronzo, Les incroyables vertus de l'ortie, Jouvence, Alimentation santé. France (2011)
- [40]. Teuscher. E, Anton. R, et Lobstein. A, Plantes aromatiques: Epices, aromates, condiments et huiles essentielles, TEC and DOC Lavoisier (2005).
- [41]. Yahiaoui. L, caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss), Mémoire de magister, Université Sétif 1, (2011).
- [42]. 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).
- [43]. Abir. M, Etude de la production et de la caractérisation de composites Bois-Plastiques, Mémoire de maîtrise en génie chimique, Québec, Canada, (2013).
- [44]. 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).
- [45]. Kabir. M, Wang. H, Cardona. F, Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites, an overview, Composites Part B: Engineering 43, 2883-2892, (2012).
- [46]. 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).
- [47]. Klason. C, Kubat. J, Strömvall. H, 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).

- [48]. Yosr Ben Mlik, Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles, thèse de doctorat, Université de Monastir (2015).
- [49]. 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).
- [50]. Dehouche. N, Idres. C, Kaci. M, Zembouai. I, Bruzaud. S, 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).
- [51]. Le Duigou. A, Bourmaud. A, Baley. C, In-Situ Evaluation of Flax Fibre Degradation during Water Ageing. *IndustrialCrops and Products* 70, 204–210, (2015).
- [52]. Oksman. K, Skrifvars. M, Selin. J.F, Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites, *Composites Science and Technology*, 63, 1317-1324. (2003).
- [53]. Alvarez. V, Vazquez. A, Influence of fiberchemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites, *Composites Part A*, 37, 1672–1680. (2006).
- [54]. Gaudin. S, Commereuc. S, Verney. V, Guyonnet. R, Govin. A, Durabilité de composites bois-polymères biodégradables, *Matériaux et Techniques*, 95, 143 – 148, (2007).
- [55]. 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).
- [56]. Baley. C, Analysis of the flax fibers tensile behavior and analysis of the tensilestiffnessincrease. *Compos. Appl, Sci, Manuf*. 33, 939–948, (2002).
- [57]. Bodros. E, Pillin. I, Montrelay. N, Baley. C, *Composites Science and Technology* 67, 462- 470, (2007).
- [58]. 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).

- [59]. Varma. A. K, Mondal. P, Physicochemical characterization and pyrolysis kinetic study of sugarcane bagasse using thermogravimetric analysis, *J. Energy Resour. Technol.* 138 052205, (2016).
- [60]. Sauvageon. T, Caractérisation et valorisation de fibres de chanvre issues de sols et de matériels délaissés –cas du traitement par l’explosion a la vapeur, Thèse de doctorat, Université de lorraine, Faculté des sciences et technologies (2017).
- [61]. Fadel. A, Influence des diverses modifications du genet d’Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastiques, Magister, Université Sétif-1-, (2014).
- [62]. 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).
- [63]. Bodros E, Pillin I, Montrelay N, Baley C. *Composites Science and Technology* 67, 462-470, (2007).
- [64]. Pokhriyal M, Prasad L, Rakesh P. K, Raturi H.P. *Materials Today: Proceedings* 5 16973–16982, (2018).
- [65]. Li Xue, Tabil Lope G., and Panigrahi Satyanarayan, Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review, *J. Polym.Env.*, vol 15, pp. 25-33, (2007).
- [66]. M.M Kabir 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).
- [67]. Nabi Saheb D. and Jog J. P., Natural Fiber Polymer Composites: A Review, *Advances in Polymer Technology*, vol. 18, no. 4, pp. 351–363, (1999).
- [68]. Mwaikambo Leonard Y. and Martin P. Ansell, Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization, *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 84, pp. 2222-2234, (2002).
- [69]. Céline Satgé, Etude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides, thèse de doctorat, universités de Limoges, (2002).