



**HAL**  
open science

## Etude de fibres de lin rouies : comparaison entre la méthode organoleptique et l'analyse thermogravimétrique

Philippe Agaciak, Moussa Gomina, Joël Bréard

### ► To cite this version:

Philippe Agaciak, Moussa Gomina, Joël Bréard. Etude de fibres de lin rouies : comparaison entre la méthode organoleptique et l'analyse thermogravimétrique. Journées Nationales des Composites, Jun 2021, Conférence Virtuelle, France. hal-03458894

**HAL Id: hal-03458894**

**<https://hal.science/hal-03458894>**

Submitted on 30 Nov 2021

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## **Etude de fibres de lin rouies : comparaison entre la méthode organoleptique et l'analyse thermogravimétrique**

### ***Study of retted flax fibers: comparison between the organoleptic method and the thermogravimetric analysis***

**Philippe Agaciak<sup>1</sup>, Moussa Gomina<sup>1</sup>, Joël Bréard<sup>2</sup>**

1 : CRISMAT  
UMR 6508, CNRS/ENSICAEN  
6 Boulevard Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex 4  
e-mail : [philippe.agaciak@ensicaen.fr](mailto:philippe.agaciak@ensicaen.fr) et [moussa.gomina@ensicaen.fr](mailto:moussa.gomina@ensicaen.fr)

2 : ABTE  
Université de Caen Normandie  
Boulevard Maréchal Juin, 14032 Caen  
e-mail : [jbreard@ensicaen.fr](mailto:jbreard@ensicaen.fr)

#### **1. Introduction**

Les fibres végétales sont faites de constituants naturels très sensibles aux conditions environnementales. Dans le cas du lin, par exemple, le rouissage au sol affecte les proportions des constituants de la fibre et donc ses propriétés [1]. Dans l'industrie textile, la qualité des fibres de lin teillé (fibres séparées mécaniquement de la tige après rouissage) est appréciée *via* une méthodologie d'estimation organoleptique [2]. Cette méthodologie est très pratique et facile à mettre en œuvre, mais l'objectivité et la répétabilité des mesures ne repose que sur l'expertise de l'opérateur...

Dans ce travail, la dégradation thermique des constituants des fibres de lin par thermogravimétrie est utilisée pour caractériser un lot non teillé ayant subi différents temps de rouissage (on parle de degré de rouissage). Puis, l'analyse thermogravimétrique est utilisée sur des lots de fibres teillés qui ont été préalablement catégorisés par la méthodologie organoleptique. Un rapprochement de ces deux séries de résultats est entrepris afin de savoir si les évolutions structurales révélées par thermogravimétrie sont corrélées aux paramètres organoleptiques.

#### **2. Démarche**

##### **2.1 Analyse organoleptique**

###### **2.1.1 Le rouissage**

Le rouissage à terre est une étape importante dans le procédé de défibrage de la tige, elle succède à l'arrachage des tiges et leur étalement au sol. Le rouissage, tel qu'il est pratiqué, est une dégradation naturelle semi contrôlée des tiges de lin, sous les actions combinées des bactéries et des champignons [3].

La couleur, l'aspect et la rigidité des tiges sont progressivement modifiées au cours du temps, notamment. Ces changements sont associés à des processus physico-chimiques qui opèrent dans la matière végétale sous les actions conjuguées de l'humidité, de la chaleur et des micro-organismes dans le sol [4]

De façon empirique, ces paramètres sont utilisés pour qualifier le degré de rouissage dans l'intervalle « peu roui » à « trop roui » (Fig. 1.).

---



Fig. 1. Différentes couleurs de filasses selon le degré de rouissage.

Ici, nous avons utilisé de la paille de lin de la variété Bolchoï provenant d'une même culture, mais ayant subi différentes durées de rouissage (R1 : 0 jours, R2 : 33 jours, R3 : 61 jours).

### 2.1.2 Paramètres organoleptiques

L'évaluation des paramètres organoleptiques est basée sur le ressenti de l'opérateur et son expérience. Elle fait appel aux sens (la vue, le toucher), d'où son caractère subjectif [2].

Les paramètres organoleptiques sont déterminés sur la filasse obtenue après l'étape de teillage. La méthodologie consiste à appréhender une filasse afin d'apprécier son aspect au toucher, puis de l'observer pour évaluer sa couleur. Ce ruban est ensuite étiré à rupture manuellement afin d'éprouver sa solidité, finesse et homogénéité. Une note est attribuée à chacun des cinq paramètres : plus le chiffre est haut, meilleur est le paramètre. Les paramètres sont les suivants :

- *Nature* : décrit la densité et la souplesse du ruban,
- *Couleur* : estimation du degré de rouissage (Fig. 1.),
- *Solidité* : ce paramètre correspond à une notion de "cohésion" de la filasse,
- *Finesse* : finesse des fibres unitaires après rupture du ruban,
- *Homogénéité* : présence d'éventuels défauts.

Les échantillons considérés pour cette étude, avec leurs numéros organoleptiques correspondants, sont présentés dans Tab. 1.

Variétés	Paramètres organoleptiques					Échantillon
	<i>Nature</i>	<i>Couleur</i>	<i>Solidité</i>	<i>Finesse</i>	<i>Homogénéité</i>	
Aramis	4	4	2	2	1	O1
Aretha	5	6	2	3	3	O2
	5	5	3	2	2	O3
Bolchoï	6	6	2	3	3	O4
	5	6	2	3	3	O5

Tab. 1. Numéros organoleptiques des échantillons utilisés.

## 2.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

### 2.2.1 Méthode utilisée

L'analyse thermogravimétrique permet de suivre les pertes de masse lors d'une montée en température. Les essais ont été menés sur une thermobalance Netzsch STA 449 F3 Jupiter. Les échantillons (70 – 80 mg) ont été portés de 25°C à 600°C à la vitesse de 5°C/min sous un flux d'air artificiel (80% N<sub>2</sub> + 20% O<sub>2</sub>) de 100 mL/min, pour éviter la pollution de l'échantillon lors de l'essai. Pour chaque échantillon, trois essais sont faits pour vérifier la reproductibilité.

### 2.2.2 Analyse du rouissage en ATG

Lors du rouissage, la teneur des constituants de la fibre de lin évolue. Les gammes de température de dégradation des constituants présents dans les fibres végétales sont identifiées dans la bibliographie [5] :

- Perte de l'eau et des composés volatiles (100°C – 250°C)
- Dégradation des hémicelluloses (250°C – 350°C)
- Dégradation de la cellulose (350°C – 500°C)
- Dégradation de la lignine (350°C – 400°C)

Des essais thermogravimétriques ont été menés sur des échantillons non teillés dans différents stades de rouissage (R1, R2 et R3), les courbes obtenues sont présentées dans la Fig. 2.

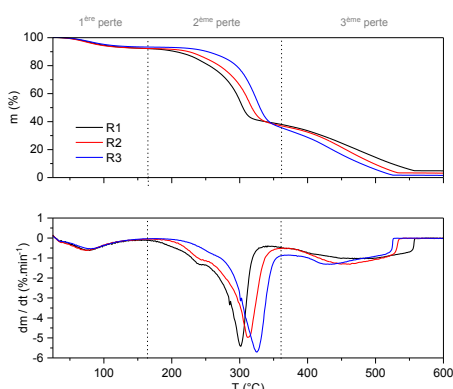


Fig. 2. Résultats de l'analyse thermogravimétrique

Les courbes obtenues (Fig. 2.) présentent trois domaines de perte de masse : le premier s'étend entre 0°C et 160-170°C, un autre se situe entre 160-170°C et 350-370°C, le dernier est identifié entre 350-370°C et 530-560°C. Après, la masse ne varie plus jusqu'à la fin de l'essai.

Compte-tenu de ces gammes de dégradation thermique, et sachant l'ordre de dégradation des constituants du lin [6], il est possible d'attribuer ces différentes pertes de masse [7] :

- La première perte de masse correspondrait à la perte d'eau et au départ des composés les plus volatiles,
- La deuxième qui est la plus importante correspondrait à la dégradation de la cellulose, des hémicelluloses et de la pectine ; elle est de 52,9%, 55,7% et 59,5% pour R1, R2 et R3 respectivement,
- La dernière est associée à la dégradation des substances non polysaccharidiques (lignine),
- La masse restante correspond à celle des cendres.

Au vu des courbes obtenues, cette étude montre qu'il est possible de caractériser le degré de rouissage, ce qui est en accord avec une étude précédente [7].

### 3. Résultats

L'analyse thermogravimétrique sur les échantillons O1 à O5 de lin teillé a confirmé un résultat obtenu précédemment [5], à savoir qu'il est impossible de différencier les variétés de lin par cette technique.

A la suite des essais, pour chaque échantillon on détermine les valeurs de chaque perte de masse ainsi que le pic de température correspondant. Les résultats sont présentés dans le Tab. 2.

La deuxième perte de masse (DP-m), d'environ 60%, permet de vérifier que les échantillons sont complètement rouis [2,7], mais on ne distingue pas les échantillons ayant des numéros *Couleur* ( $\approx$  degré de rouissage) différents.

Lot	PP-m (%)	T <sub>PP</sub> (°C)	DP-m (%)	T <sub>SP</sub> (°C)	TP-m (%)	T <sub>TP</sub> (°C)	Résidus (%)
O1	6,2 ± 0,8	82 ± 1	59,7 ± 0,9	315 ± 8	31,3 ± 0,4	437 ± 6	2,8 ± 0,3
O2	7,0 ± 0,2	76 ± 2	59,8 ± 0,5	327 ± 2	31,6 ± 0,7	431 ± 14	1,6 ± 0,4
O3	7,7 ± 0,3	79 ± 3	58,9 ± 0,5	326 ± 1	31,5 ± 0,6	425 ± 9	1,9 ± 0,4
O4	7,0 ± 0,6	77 ± 3	59,3 ± 1,1	328 ± 1	32,2 ± 0,8	430 ± 9	1,5 ± 0,3
O5	6,9 ± 0,2	79 ± 1	59,8 ± 0,5	329 ± 1	31,9 ± 0,4	433 ± 4	1,4 ± 0,1

Tab. 2. Perte de masse et pic de température de dégradation dans les essais ATG (PP : première perte, DP : deuxième perte, TP : troisième perte).

L'échantillon O1 présente des différences avec les autres (valeurs de PP-m et Résidus) quand on considère les paramètres organoleptiques *Nature*, *Couleur* et *Homogénéité*. Ainsi, ce parallèle permet des corrélations entre l'analyse thermogravimétrique et des paramètres organoleptiques ; mais ce résultat devra être vérifié avec d'autres lots de lin teillé.

Dans la suite de ce travail, des corrélations pourront être recherchées entre les résultats obtenus par la méthodologie organoleptique, la thermogravimétrie et le comportement mécanique.

### Remerciements

Les auteurs remercient BpiFrance pour son appui financier au projet TRAMPLIN (du Plan d'Investissement d'Avenir, PIAVE, contrat N° 130852), DEPESTELE (coordinateur du projet) pour la fourniture des échantillons de lin, ainsi que les partenaires FANTEX, BMP et MF Tech.

### Références

- [1] K. Charlet « Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques », Ph.D. thesis, Université de Caen Basse-Normandie, 2008.
- [2] H. S. S. Sharma et G. J. Faughey, « Comparison of subjective and objective methods to assess flax straw cultivars and fibre quality after dew-retting », *Annals of Applied Biology*, vol. 135, n° 2, p. 495- 501, oct. 1999.
- [3] H. S. S. Sharma, G. Faughey, et G. Lyons, « Comparison of physical, chemical, and thermal characteristics of water-, dew-, and enzyme-retted flax fibers », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 74, n° 1, p. 139- 143, oct. 1999.
- [4] A. Barbulée « Compréhension des effets du défibrage sur la morphologie, les propriétés et le comportement mécanique des faisceaux de fibres de lin. Étude d'un composite dérivé lin-époxyde », Ph.D. thesis, Université de Caen Basse-Normandie, 2015.
- [5] F. Destaing « Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés par thermocompression », Ph.D. thesis, Université de Caen Basse-Normandie, 2012.

- [6] B. Wielage, Th. Lampke, G. Marx, K. Nestler et D. Starke, « Thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis of natural fibres and polypropylene », *Thermochimica Acta*, vol. 337, p. 169- 177, 1999.
- [7] K. Van de Velde et P. Kiekens, « Thermal degradation of flax: the determination of kinetic parameters with thermogravimetric analysis », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 83, p. 2634- 2643, 2002.