# THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE LILLE

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÉS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

M<sup>elle</sup> BOSSUYT Violette

Assistante a la Faculté des Sciences de Lille.

1<sup>re</sup> THÈSE : Étude de la Structure et des propriétés mécaniques de la fibre de lin.

2<sup>e</sup> THÈSE : Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 15 juillet 1941 devant la Commission d'Examen.

Président : M. MAIGE.

Examinateurs

MM. CHAUDRON ROUELLE LEFEBVRE.

LILLE IMPRIMERIE F. PLANQUART 5-7, Rue Desrousseaux

1941

# THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE LILLE

POUR OBTENIR

### LE GRADE DE DOCTEUR ÉS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

## M<sup>elle</sup> BOSSUYT Violette

Assistante a la Faculté des Sciences de Lille.

1<sup>re</sup> THÈSE : Étude de la Structure et des propriétés mécaniques de la fibre de lin.

2º THÈSE : Propositions données par la Faculté.

. <del>-</del>

Soutenues le 1 5 juillet 1941 devant la Commission d'Examen.

Président : M. MAIGE.

----

Examinateurs

MM. CHAUDRON ROUELLE LEFEBVRE.

LULE IMPRIMERIE F. PLANQUART 5-7, Rue Desrousseaux

1941

### UNIVERSITÉ DE LILLE

FACULTE DES SCIENCES

### PERSONNEL

Doyen : M. MAIGE, Professeur de Botanique générale et Appliquée.

Assesseur : M. PRUVOST, Professeur de Géologie et Minéralogie.

Professeurs honoraires : MM. CHATELET, BRUHAT, FOSSE, PASCAL, PAUTHENIER, BEGHIN, CHAZY, PARISELLE, FLEURY, SWYNGEDAUW, MALAQUIN, JOUNIAUX, BERTRAND, CHAUDRON.

Maître de conférence honoraire : M. QUINET.

### Professeurs :

MM. GAMBIER, Calcul différentiel et intégral. LERICHE, Géologie générale et géographie physique. DEHORNE, Zoologie générale et appliquée. KAMPÉ DE FÉRIET, Mécanique des fluides. CHAPELON, Analyse supérieure et calculs des probabilités. GALLISSOT, Mathématiques appliquées et astronomie. Cau, Physique générale. LAMBREY, Radiotélégraphie. MAZET, Mécanique rationnelle et mécanique expérimentale. Dolle, Hydrogéologie, hygiène de l'eau et du sol. DUPARQUE, Pétrographie générale et appliquée. ROUELLE, Physique et électricité industrielle. LEFEBVRE, Chimie appliquée et chimie de la houille. Hocquette, Biologie végétale et agricole. WIEMANN, Chimie générale et chimie organique. FRANÇOIS, Chimie P. C. B.

### Professeur sans chaire :

### M. Decarrière.

### Maîtres de conférences :

MM. MARTINOT-LAGARDE, Mécanique des fluides.

HEIM DE BALSAC, Zoologie.

Roig, Physique.

LAINE, Physique.

CORSIN, Paléobotanique et Paléontologie houillère. AMIEL, Chimie générale.

Chargé de cours :

#### M. WIEMANN, Chimie générale.

Chef du Secrétariat : Mlle BLANCARD DE LERY.

A MES PARENTS

A Monsieur G. CHAUDRON

Professeur à la Faculté des Sciences de Paris

# ÉTUDE DE LA STRUCTURE et des PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE LA FIBRE DE LIN

## INTRODUCTION

La fibre de lin est douée de propriétés mécaniques exceptionnelles. Elle représente, dans le groupe des fibres végétales, la fibre la plus solide et cette résistance élevée la classe après les aciers spéciaux dans l'échelle des matériaux utilisés pour leur grande résistance à la traction.

Cependant les propriétés de cette fibre soumise à l'effort de traction n'ont pas fait l'objet d'une étude approfondie qui tienne compte des nombreux facteurs susceptibles de les influencer et il n'apparaît pas non plus que l'on ait cherché à mettre en évidence les modifications de structure qui sont liées à sa déformation.

Pour interprêter aussi correctement que possible ces propriétés, il s'imposait avant tout de mieux connaître la micro-structure de la fibre. Or les modèles de structure des fibres cellulosiques naturelles ne sont pas établis avec certitude. Leur recherche a suscité de nombreux travaux dans lesquels les auteurs exposent des vues différentes et ont tendance à adopter un modèle unique pour les différentes espèces de fibres.

Avant d'aborder cette première recherche, il était intéressant, à un double point de vue, de faire une étude micrographique de l'assemblage naturel formé par les fibres dans la tige du lin. On sait que le lin subit généralement un traitement appelé **rouissage** qui consiste à dissocier l'agrégat fibreux d'une manière telle qu'il puisse être filé. Cette technique utilise l'action des microorganismes qui se développent pendant la macération des tiges dans l'eau. Par ailleurs, diverses tentatives ont été faites pour substituer à ce procédé classique des traitements chimiques permettant d'obtenir une transformation analogue.

Nous montrerons d'une part, que l'étude des « filasses » de lins rouis nous a permis de mettre en évidence certaines transformations structurelles de l'assemblage fibreux provoquées par le rouissage et, d'autre part, que nous avons pu utiliser ces résultats dans la mise au point d'un « rouissage chimique ».

Nous avons ensuite étudié la fibre. Son modèle de structure est plus complexe qu'on ne l'admet généralement, car nous avons pu observer que ses deux parois cellulosiques constitutives (parois primaire et secondaire) possèdent des structures bien différenciées. L'étude des propriétés mécaniques a fait l'objet de la seconde partie de notre travail.

Cette étude est compliquée par le fait que ces propriétés sont influencées par des facteurs variés. En effet, elles dépendent d'une part, de certains états de la fibre fixés par les traitements chimiques et mécaniques antérieurs qu'elle a subis; elles dépendent d'autre part des modalités de la traction.

En tenant compte de ces facteurs, nous nous sommes proposés d'examiner successivement le **complexe cellulosique** que constitue la fibre à l'état naturel, puis la **fibre purifiée,** constituée par de la cellulose presque pure, enfin la **fibre mercerisée.** 

Parmi ces facteurs, l'influence de la longueur du segment de fibre soumis à l'essai de traction a été plus particulièrement étudiée, car les conclusions auxquelles nous étions arrivés sur la structure de la fibre nous permettaient de supposer que ce facteur joue un rôle important.

Nous montrerons en effet, que son étude systématique nous a permis d'établir que pour une longueur déterminée de l'éprouvette de traction, les caractéristiques mécaniques de la fibre mercerisée subissent une transformation profonde. L'interprétation de ce résultat et l'analyse des caractères structurels nous amèneront ainsi à conclure que l'élément résistant de la fibre est constitué par sa paroi primaire, formée d'un assemblage continu de fibrilles de cellulose dont les longueurs sont à l'échelle macroscopique, tandis que la paroi secondaire, de structure discontinue, n'intervient qu'à un faible degré dans la solidité de la fibre.

Cependant, cette variation importante des propriétés en fonction des dimensions de l'éprouvette de traction peut dépendre soit de l'arrangement du matériel cellulosique constitué par la fibre, soit de la cellulose ellemême.

Nous avons alors fait une étude similaire sur un fil de cellulose obtenu par tréfilage d'une combinaison soluble de la cellulose : la viscose; elle nous a montré que cette fibre se comporte à la traction comme la fibre de lin mercerisée et cette analogie de propriété nous a amené à conclure que la structure d'un fil de cellulose régénérée est très apparentée à celle de la paroi primaire d'une fibre naturelle.

Notre étude se divise ainsi :

Première partie : Structure de la fibre de lin.

- Chapitre I : Recherches sur la structure de l'assemblage fibreux.
- Chapitre II : Recherches sur la structure de la fibr**e** élémentaire.
- **Deuxième partie :** Propriétés mécaniques de la fibre de lin.
  - Chapitre I : Mesure de constantes mécaniques de la fibre naturelle.

Chapitre 11 : Purification de la fibre et influence de ce traitement sur ses constantes mécaniques.

Chapitre III : Transformation des propriétés mécaniques de la fibre par la mercerisation.

Ce travail a été exécuté au Laboratoire de Recherches de l'Institut de Chimie Appliquée de Lille.

Je me fais un devoir de remercier M. G. Chaudron, Professeur à la Faculté des Sciences de Paris, qui m'a conseillée et encouragée au cours de ces recherches et le prie d'agréer l'expression de ma plus vive gratitude.

Je remercie également M. H. Lefebvre, Professeur à la Faculté des Sciences, Directeur de l'Institut de Chimie Appliquée.

M. le Doyen A. Maige a bien voulu présider cette thèse; je suis heureuse de pouvoir lui exprimer ici toute ma reconnaissance pour la bienveillance qu'il n'a cessé de me témoigner en toutes circonstances.

M. l'Abbé Leman, Professeur de Chimie Organique à la Faculté Libre des Sciences a eu l'extrême obligeance de relire mon texte; je l'en remercie très cordialement.

Je tiens aussi à exprimer toute ma gratitude à mes camarades de l'Institut, et en particulier à M. A. Duhamel, pour les nombreux services qu'ils m'ont rendus. - 14 ---

Qu'il me soit enfin permis d'évoquer la mémoire de l'excellent ami que fût M. R. Michel-Jaffard, dont la collaboration m'a été très précieuse; que Madame Michel-Jaffard veuille bien trouver ici l'expression affectueuse de mon souvenir reconnaissant.

### PREMIÈRE PARTIE

## STRUCTURE DE LA FIBRE DE LIN

Les fibres de lin, comme toutes les fibres libériennes, forment un constituant de la tige, dans laquelle elles jouent le rôle d'éléments de soutien. E les sont situées dans la partie corficale de cet organe entre le bois qui en occupe la partie centrale et l'épiderme (fig. 1, pl. 1), Ce sont des cellules allongées en forme de fuseau dont la longueur peut varier entre 4 et 66 mm, et le diamètre médian entre 13 et 37 microns (Vétillart). La coupe transversale de la tige montre qu'elles sont juxtaposées en faisceaux ou assemblages de fibres parallèles, dans lesquels elles sont séparées par de fines cloisons (lamelles mitoyennes) constituées par une substance non-cellu'osique : la matière pertique; cet árrangement est donné par les micrographies (fig. 1 et 2, pl. 1) que nous avons préparées; elles représentent respectivement une partie de la coupe transversale de la tige et des sections de faisceaux isplés. Il semble généralement admis que ces lamelles forment un réseau dans les mailles duquel sont logées les fibres, mais ce réseau pourrait aussi être formé par la couche externe des fibres constituée par de la matière pectique (1). Dans la direction longitudinale, les fibres parallèles sont déplacées les unes par rapport aux autres de sorte que la longueur du faisceau atteint plusieurs fois celle de la fibre, comme le montre notre schéma de la fig. 3, pl. 1. L'arrangement longitudinal des faisceaux est analogue à celui des fibres; ils forment un assemblage continu de même longueur que la tige et sont soudés

- 16 ---

entre eux et aux autres constituants par de la matière pectique.

Les matières pectiques, qui accompagnent généralement les corps cellulosiques dans les végétaux sont de nature colloïdale. Elles ne possèdent pas une constitution chimique bien définie mais sont composées d'hydrates de carbone à poids moléculaire élevé qui les rapprochent des pentosanes et des hémi-celluloses. Le constituant primaire de la plante, primitivement désigné sous le nom de pectose (Frémy), est insoluble dans l'eau et les solvants organiques et ne peut être séparé de la cellulose qu'après hydrolyse. Sous l'action simultanée des acides et de la chaleur, il se transforme en une substance, la pectine, qui gonflé fortement dans l'eau pour former des solutions visqueuses. La pectine possède en outre la propriété de se coaguler sous l'action de l'eau de chaux ou de baryte, ainsi que sous l'action d'un ferment soluble : la pectase, que l'on rencontre dans la plupart des sucs végétaux; ce ferment transforme, en présence de sels de chaux, la pectine soluble en acide pectique insoluble (Frémy, Bertrand et Mallèvre),

La composition des matières pectiques et celle du lin en particulier a été éclaircie par les travaux d'Ehrlich et de ses collaborateurs (2). L'auteur isole les substances pectiques du lin par action de l'eau à 100°, mais ne considère pas l'extrait obtenu après évaporation de l'eau comme étant le constituant primaire de la plante; il admet que c'est un mélange résultant d'une hydrolyse partielle de la pectine (Hydropectine). Par action de l'alcool à 70 % sur l'hydropectine, il en extrait une fraction soluble constituée par des **hexopentosanes** et une fraction insoluble constituée par des sels de calcium et de magnésium de **l'acide pectique.** A l'hydrolyse, l'acide pectique donne comme principal constituant de l'acide galacturonique.

Pour être utilisées comme matière textile, les fibres doivent être séparées du bois et des tissus qui les agglomèrent dans la tige. La préparation technique du lin réalise une première séparation grossière de la partie fibreuse en faisant fermenter les tiges dans l'eau courante ou stagnante pendant des temps qui varient avec la température et peuvent atteindre plusieurs semaines (rouissage) (3).

Dans ces conditions, l'action des microorganismes et, probablement, la présence de pectase provoquent une hydrolyse ménagée de la matière pectique qui a pour effet de solubiliser partiellement cette substance. La fraction éliminée pendant le rouissage représente environ 25 % du poids de la tige. L'analyse des eaux de rouissage montre en outre qu'elles deviennent acides au cours de la fermentation. Cette élimination partielle

de la matière pectique étant obtenue, la partie fibreuse qui adhérait au bois par l'intermédiaire de cette substance, peut être facilement détachée par des moyens mécaniques (broyage, teillage, peignage). Outre cette transformation qui permet d'isoler les fibres, il a encore été observé que le rouissage affecte les liaisons entre fibres car la résistance mécanique dès faisceaux diminue au fur et à mesure que celui-ci progresse (1).

L'assemblage fibreux isolé de la tige rouie (filasse) ne présente plus la cohésion de l'assemblage non-roui; il peut être divisé facilement en éléments composés 'd'une ou de plusieurs fibres auxquel reste associée de la matière pectique transformée (constituant pectique). La longueur de ces éléments dépend de certaines qualités du lin qui sont en relation avec les conditions de culture, le degré de maturité, ainsi que des conditions de rouissage (température, composition de l'eau, etc...) Le constituant pectique qui incruste la filasse est un produit de dégradation provenant de l'hydrolyse de la matière pectique; il joue un rôle important dans la technologie du lin, car en agglomérant les fibres il confère à la filasse la propriété d'être peignée, étirée et filée; son élimination sera faite ultérieurement dans les opérations du blanchiment.

La transformation par hydrolyse ménagée de la matière pectique pouvant être réalisée par des réactifs chimiques sans devoir recourir à l'action très lente des microorganismes, différents procédés de « rouissage chimique » ont été essayés. Ces procédés utilisent l'action des bases ou des acides dans des conditions telles que le traitement n'altère pas les propriétés physiques et chimiques de la cellulose.

- 19 ---

Avant toute autre étude, nous nous sommes proposés de faire un examen préliminaire de l'assemblage. naturel formé par les fibres dans la tige et de rechercher, en particulier, les modifications apportées par le rouissage par fermentation à la structure de cet assemblage, modifications qui ne paraissent pas avoir été bien décrites. En outre, ces résultats pouvaient aussi nous guider dans la mise au point d'un rouissage chimique -que nous nous proposions d'étudier. En effet, les filasses rouies chimiquement doivent, pour être travaillées par les procédés usuels de la filature, présenter certaines caractéristiques des filasses rouies par fermentation, dépendantes de l'état de désagrégation de l'assemblage fibreux. Il était donc intéressant de rechercher les caractères structurels de ces dernières qui sont en relation avec ces caractéristiques. Nous aborderons ensuite l'étude microscopique de la fibre.

### CHAPITRE PREMIER

# RECHERCHES SUR LA STRUCTURE DE L'ASSEMBLAGE FIBREUX

Nous avons rappelé que l'assemblage fibreux de la tige de lin forme un système cohérent et continu de faisceaux de fibres agrégés par la substance pectique. Le but du rouissage étant de désagréger cet assemblage de manière à rendre plus lâches les liaisons qui en unissent les éléments, nous avons essayé de préciser les transformations provoquées par ce traitement, en examinant la structure de filasses rouies à des degrés différents.

Ceci nous a amené d'une part à mesurer la longueur moyenne de leurs éléments de structure et d'autre part à comparer l'aspect de leurs coupes transversales.

Nous considérerons successivement :

1° la structure longitudinale;

2° la structure transversale des filasses avant et après le rouissage

## 1° STRUCTURE LONG TUDINALE

- 22 ---

**Examen au microscope.** — L'enveloppe fibreuse de la tige peut être détachée facilement du bois, en laissant macérer c'elle-ci pendant une heure environ à 35-40°, dans de l'eau distillée contenant 1 % de saponine; on agite fréquemment. Après refroidissement la matière pectique entraînée se prend en gelée dans le líquide, l'épiderme se détache et l'adhérence des fibres et du bois a suffisamment diminué pour qu'on puisse les séparer à la main. Il suffit alors de fendre la tige suivant une génératrice pour en séparer un ruban transparent de même longueur qu'elle et dans lequel les fibres ont conservé leurs positions relatives.

Nous avons examiné ce ruban entre nicols croisés à l'éclairement (axe longitudinal du ruban incliné à 45° sur les directions de vibration des nicols) et avons observé des plages longitudinales continues formées par les fibres anisotropes parallèles, ces plages étant séparées par des bandes obscures de tissu non-cellulosique isotrope. Lorsque le ruban est placé à la position d'extinction (axe longitudinal parallèle aux sections de vibration des nicols) les fibres s'éteignent et seules restent visibles des raies obliques éclairées traversant chaque plage fibreuse. Ces raies sont symétriques par rapport à l'axe longitudinal du ruban et inclinées à environ 45°. La fig. 4, pl. 1, reproduit l'aspect d'une plage de fibres photographiée à l'extinction.

Lorsque le lin a été roui les éléments que l'on isole à la main présentent au microscope l'aspect organisé des plages fibreuses du lin naturel.

Mesure de la longueur moyenne des faisceaux. — Pour déterminer cette caractéristique, nous avons pensé à mesurer la résistance mécanique de la filasse sur des brins de longueurs variables.

A priori, cette méthode semblait pouvoir être employée, puisqu'il s'agit d'un matériau hétérogène dont la résistance des éléments de structure (faisceaux) est supérieure à celle du ciment pectique qui les unit. Leur/longueur peut alors être déduite de la courbe des résistances en fonction des longueurs étirées; en effet, la résistance décroît brusquement lorsque la longueur de l'éprouvette est précisément égale à celle de l'élément de structure.

La méthode appliquée aux filasses contenant leur eau d'humidité normale, c'est-à-dire 7 % dans les conditions où l'on opérait ( $t = 20^{\circ}$ , H. R. = 65 %) ne permet pas de différencier nettement leur structure; les courbes obtenues débutent par une chute brusque de la résistance qui est ensuite peu influencée par la longueur de l'éprouvette (courbes a des fig. 5, 6 et 7).

Nous avons alors fait subir aux filasses un gonflement préalable dans l'eau et avons constaté qu<del>a</del> les diagrammes présentent des accidents très marqués qui permettent de caractériser chacune d'ellés (courbes b des fig. 5, 6, et 7).

Les filasses utilisées dans nos essais correspondent à des agrégats de plus en plus divisés par le rouissage et représentent respectivement :

des filasses peu divisées : filasses 1 et 2; des filasses moyennement divisées : filasses 3 et 4. des filasses très divisées : filasses 5 et 6 (\*).

Leur gonflement est provoqué par immersion dans l'eau à 35-40° pendant un quart d'heure environ,

Les diagrammes sont établis en faisant varier régulièrement la longueur entre 3 et 50 cm. et les points expérimentaux correspondent à la moyenne de 50 essais de rupture effectués sur des éprouvettes pesant le même poids par unité de longueur (\*).

<sup>(\*)</sup> Dans la classification commerciale des lins rouis on assigne à la filasse le « numéro » de fil que son état de désagrégation permet de filer. On utilise couramment pour le lin la numérotation anglaise dans laquelle les numéros 1, 2, 3... correspondent à des longueurs égales à 1x300, 2x300... yards (un yard = 914 mm) contenues dans une livre anglaise ou 453 gr.

Les échantillons examinés correspondent aux numéros suivants : Filasse 1 : N° 35/40; Filasse 2 : N° 80; Filasse 3 : N° 100; Filasse 4: N° 150; Filasse 5: N° 200; Filasse 6: N° 240.

<sup>(\*)</sup> Pour des raisons pratiques, les éprouvettes ont été prélevées dans la « mêche » de lin. Celle-ci représente le dernier stade de la transformation de la filasse avant le filage. Elle est constituée par un ruban régulier de filasse présentant une légère torsion.



**Fig. 5.** — Diagramme des résistances de la filasse nº 1 en fonction de la longueur de l'éprouvette.







Fig. 6. — Idem. Filasse nº 4.



**Fig. 8.** — Idem. Filasse traitée par OHNa 2 % à 100°.

Cette étude nous a donné les résultats suivants :

- 25 ---

a) les longueurs des éléments de structure des filasses examinées décroissent de 35 cm. (filasse n° 1) à 5 cm. (filasse n° 6), comme le montre le tableau cidessous; cette longueur de 5 cm. correspond à la dimension moyenne des fibres. On voit donc que la longueur moyenne des faisceaux diminue lorsque le degré de division de la filasse augmente, l'élément de la fibre la plus divisée ayant la même longueur que la fibre élémentaire. b) le gonflement du constituant pectique sous l'action de l'eau accroît la résistance de l'**assemblage fibreux** et cela dans un rapport d'autant plus élevé que la filasse est plus divisée. Le tableau donne les rapports des résistances des filasses gonflées (Rg) et contenant 7 % d'eau d'humidité (Rh) lorsqu'elles sont étirées sur une longueur de 40 cm., c'est-à-dire sur une longueur supérieure à celle de leurs éléments de structure les plus longs.

Filasse nº :	1	2	3	4	5	6	non- rouie
Longueur en cm. des éléments	35-12-8	20-12-8	15-12-8	12-8 •	8-5	5	35
$\frac{R_{g}}{R_{h}}$	3,5	3,8	4	4,5	6,3	7	0

## 2° - STRUCTURE TRANSVERSALE

Technique employée pour l'exécution des coupes. — Les examens sont effectués sur des coupes transversales d'éléments prélevés à différentes endroits de la filasse de manière à avoir des échantillons moyens. Ceux-ci sont préalablement teints avec un colorant substantif (solution à 2 % de vert Diazol N. J.) puis enrobés dans le collodion après des immersions successives dans l'alcool absolu, le mélange alcool-éther, et des solutions de collodion de plus en plus concentrées. Pour l'examen au microscope et la photographie, les coupes étaient montées dans un mélange gélatine-glycérine.

### Description des micrographies.

Les micrographies des fig. 9, 10, 11, 12 donnent l'aspect moyen des coupes de l'assemblage fibreux avant et après rouissage (filasses rouies n° 1, 2, 3, 4, 5, 6); leur arrangement diffère ainsi :

### Lin non-roui.

La micrographie est caractérisée par des groupes de fibres accolées, entourés d'une bande de matière pectique (zones amorphes et noires des microphotographies); le nombre de fibres par faisceau peut varier avec les conditions de culture du lin; nous avons dénombré dans des lins d'origines différentes en moyenne 20 à 25 fibres par faisceau (\*) (fig. 2, pl. 1).

### Lin roui.

**Filasse N° 1** - Les fibres sont groupées en faisceaux dans lesquels on dénombre moins de fibres que dans le lin non roui; leur nombre moyen est d'environ 15 à

<sup>(\*)</sup> Nous n'avons tenu compte dans le dénombrement des fibres que des plages groupant le nombre maximum de fibres; en effet, étant donné leur mode d'assemblage (voir fig. 3, pl. I), le nombre de fibres comprises dans une section du faisceau décroît depuis la partie médiane jusqu'à son extrémité. Les plages comprenant un nombre inférieur de fibres peuvent donc être considérées comme des sections non médianes de ces faisceaux.

20 fibres; la matière pectique reste localisée à la périphérie du faisceau. La micrographie diffère très peu de celle du lin non-roui (Fig. 9, pl. 11).

**Filasse N° 2** - Le réseau de lamelles mitoyennes apparaît désagrégé dans une certaine mesure par le rouissage et cette transformation entraîne une diminution de l'adhérence entre les fibres, comme on peut l'observer dans la micrographie de la fig. 10 pl. Il qui présente des décollements entre fibres à l'intérieur des faisceaux.

**Filasse N° 3 et 4** - La structure en faisceaux tend à disparaître (fig. 11, pl. 11). On observe encore des faisceaux groupant en moyenne 5 et 10 fibres et des fibres isolées entre lesquelles se sont déposées des inclusions de matière pectique.

**Filasse N° 5 et 6** - Les fibres sont dispersées dans le constituant pectique qui s'est réparti d'une manière plus ou moins homogène dans la filasse (fig. 12, pl. 11).

### **CONCLUSION**5

1°) Cette étude des filasses de lin rouies nous a permis de mettre en évidence les **transformations structurelles** que l'assemblage fibreux subit sous l'action du **rouissage.** Ces transformations intéressent: a) le mode d'agrégation des fibres; b) la répartition du constituant pectique.

a) Le rouissage attaque le réseau de lamelles mitoyennes formé, selon nous, par des enveloppes externes de substance pectique qui protègent les fibres. Il résulte de cette attaque que les faisceaux se fragmentent progressivement dans la direction longitudinale pour donner naissance à des éléments dont la longueur est par conséquent inférieure à la longueur initiale du faisceau. Dans le cas extrême où le lin est roui au maximum. l'élément de filasse est constitué par une

b) Au fur et à mesure que le rouissage progresse, la **matière pectique** initialement localisée à la périphérie des faisceaux s'hydrolyse et donne naissance à un constituant insoluble dans l'eau qui se répartit d'une manière homogène entre les fibres.

fibre unique.

Nous avons vérifié que ce constituant s'hydrolyse lentement par action de l'eau à 150° en donnant des produits acides, le pH des eaux d'hydrolyse atteignant 4,4. Son insolubilité, sa résistance à l'hydrolyse et ses propriétés acides le rapprochent de l'acide pectique, (acide polygalacturonique) isolé par Ehrlich dans l'hydrolyse de la pectine.

La répartition homogène de ce constituant peut être expliquée d'après le processus des transformations observées lorsque l'hydrolyse de la substance pectique est effectuée in vitro. Il est possible en effet, que dans les 'premières transformations qui accompagnent le rouissage, le constituant primaire de la plante se transforme en pectine capable de gonfler et de donner une solution visqueuse; puis, la désagrégation des faisceaux se poursuivant, cette solution pénètre dans les capillaires de l'assemblage à l'intérieur desquels elle se coagule finalement en acide pectique insoluble.

Le schéma de la fig. 13 met en évidence la différence de structure que nous avons observée entre le lin naturel et le lin roui et que nous pouvons caractériser ainsi : le lin naturel est un assemblage de faisceaux de fibres et le lin roui est un assemblage de fibres dispersées dans un constituant pectique (4).





2°) Par ailleurs nous avons observé que les **propriétés mécaniques** de la filasse rouie sont influencées par sa teneur en eau, et l'accroissement de résistance mécanique que le mouillage lui confère est en relation avec la répartition du constituant pectique dans l'assemblage fibreux. En effet, cet assemblage devient d'autant plus résistant que la structure de la filasse se rapproche davantage de celle que nous avons schématisée dans la fig. 13 (\*).

<sup>(\*)</sup> Les « étirages » et les « doublages » que l'on fait subir à la filasse dans le but de l'homogénéiser contribuent aussi à accroître sa résistance mécanique à l'état mouillé.

Cette propriété est liée à la présence du constituant pectique inséré entre les fibres car lorsque celui-ci est complètement solubilisé par le rouissage ou par l'action de la soude diluée chaude (lessivage), la résistance mécanique de la filasse est très abaissée par le mouillage (courbes de la fig. 8, p. 25). Enfin, le fait que cette propriété est encore influencée quantitativement par les surfaces d'adhérence des fibres et de ce constituant montre bien que c'est le gonflement de ce colloïde sous l'action de l'eau, qui accroît la cohésion de l'assemblage fibreux. (4).

### APPENDICE

### Etude d'un « rouissage chimique » du lin

Les résultats exposés nous ont servi de base pour établir les conditions d'un traitement chimique du lin susceptible de remplacer le rouissage qui présente l'inconvénient d'être lent, et de plus d'être saisonnier

Nous avons établi qu'on peut désagréger l'assemblage fibreux sans dissoudre complètement le constituant pectique, en le soumettant à l'action de l'eau à l'autoclave (5).

La transformation doit être effectuée assez rapidement car un traitement trop prolongé attaque la cellulose et par conséquent affecte la résistance de la fibre.

Sa vitesse dépend des facteurs suivants :

a) la diffusion rapide des produits d'hydrolyse dans la masse liquide,

b) la concentration en fibres,

c) la pression et la température réalisées dans l'autoclave.

Le traitement est effectué sur la paille de lin teillée c'est-à-dire débarrassée par action mécanique de la partie ligneuse de la tige. La paille est ensuite lavée à l'eau froide jusqu'à élimination complète des matières solubles, puis étalée en couches minces sur des claies de façon à permettre une circulation facile du liquide dans toute la masse; la circulation est assurée par l'emploi d'une pompe adjointe à l'autoclave qui maintient le liquide continuellement en mouvement.

Le volume d'eau à 0° hydrotimétrique employé représente environ 30 fois le poids de fibre mise en œuvre.

A la température de 135-140° (pression : 4 à 5 atmosphères), l'hydrolyse partielle de la matière pectique peut être achevée en une heure et la filasse ne subit plus de perte de poids.

A ce stade de la transformation, l'examen microscopique de coupes transversales de la filasse montre que les faisceaux ne sont pas encore fragmentés. Pour attaquer le réseau de lamelles mitoyennes, il est nécessaire de prolonger le traitement pendant 3 à 4 heures environ, après avoir renouvelé l'eau de rouissage devenue acide (pH = 4,4). - 33 -

Après ce temps la transformation est suffisamment avancée pour que la fîlasse obtenue puisse être filée par les méthodes usuelles de la filature.

Sa structure est analogue à celle de la fil*a*sse n° 2 rouie par fermentation comme le montrent le diagramme des résistances en fonction des longueurs d'éprouvettes et la micrographie de la coupe transversale (fig. 10, pl. 11).

CHAPITRE II

# RECHERCHES SUR LA STRUCTURE DE LA FIBRE ÉLÉMENTAIRE

## HISTORIQUE

Il y a lieu de distinguer dans la structure des fibres cellulosiques, d'une part, la structure fine de la cellulose et, d'autre part l'arrangement du matériel cellulosique constitué par la fibre. La première nous est révélée par l'analyse aux rayons X et est identique quelle que soit l'espèce de fibre envisagée tandis que le second, accessible à l'investigation au microscope, dépend des types de fibre, chacun d'eux étant caractérisé par un modèle de structure.

La microstructure de la fibre de lin et d'ailleurs celle des fibres cellulosiques en général est très complexe; elle a fait l'objet de nombreux travaux dans lesquels les auteurs exposent des vues différentes et l'on peut dire que les modèles de structure des fibres sont encore imparfaitement connus. D'une manière générale on distingue deux parois principales dans l'épaisseur de la fibre : a) une **paroi primaire** (externe) composée de' cellulose et de substance pectique; b) une **paroi secondaire** (interne) composée de cellulose et d'hémi-celluloses; ces deux parois étant réunies par une lamelle mitoyenne non-cellulosique.

Les systèmes cellulosiques des deux parois sont anisotropes et poreux.

Ils sont constitués par des agrégats de **fibrilles** parallèles, de dimensions variables, le diamètre des plus fines étant à la limite du pouvoir résolvant du microscope (0,1 micron). Les fibrilles forment dans chaque paroi des couches concentriques : dans la paroi primaire ces couches se distinguent par une orientation différente des fibrilles relativement à l'axe de fibre; dans la paroi secondaire elles alternent avec des couches noncellulosiques. Les constituants non-cellulosiques insérés dans la fibre peuvent être éliminés sans que la structure du système cellulosique en soit visiblement modifiée.

A première vue, les modèles de structure des différents types de fibres se distinguent principalement par l'orientation des fibrilles de la paroi primaire. C'est ainsi que la fibre de lin est caractérisée par deux couches dans lesquelles les fibrilles forment autour de l'axe de fibre des spirales de sens opposé et de pas variables; les angles d'inclinaison des deux directions fibrillaires sur l'axe de fibre mesurés directement au
microscope et déduits de l'examen du diagramme de diffraction X sont respectivement égaux à  $10^{\circ}$  (spirale gauche) et  $5^{\circ}$  (spirale droite) (6) (7).

Enfin la continuité des fibres est souvent troublée par des **accidents transversaux** qui présentent cette particularité de se colorer avec intensité lorsqu'on soumet la fibre à l'action de réactifs iodés (chloroidure de zinc, de calcium) ou de solutions alcalines de colorants (8), (9), (10). Ces accidents sont en outre très apparents en lumière polarisée lorsque la fibre est examinée à l'extinction.

Le système cellulosique des fibres présente des **plans de faiblesse structurale** et peut être désagrégé par des attaques chimiques et mécaniques en fragments de formes et de dimensions variables.

C'est ainsi que les fibres sont divisées sous l'action hydrolysante des acides, en segments limités par des plans nets, comme cela a déjà été montré par Sear!a, pour la fibre de lin (11). Par des gonflements appropriés, on peut aussi mettre en évidence les couches principales et les fibrilles constitutives de ces couches (8), (12), (9).

Enfin, des attaques plus complètes ont permis de décéler des plans de moindre résistance dans la fibrille. Celle-ci a été désagrégée successivement en : dermatosones (longueur 1,5  $\mu$  - largeur 1  $\mu$ ) (13), cristaux (14), corps fusiformes et unités sphériques (diam 0,45  $\mu$ ) (15), enfin en particules ellipsoïdales (long. 1,1  $\mu$  - larg. 1,5  $\mu$ ) (16). L'isolement de ces fragments de cellulose, souvent considérés comme des unités de structure, ont amené certains chercheurs à considérer le système cellulosique des fibres comme n'étant pas continu dans la direction longitudinale.

Pour expliquer la scission transversale des fibres par attaque chimique, ainsi que les dilatations et les rétrécissements alternés qu'elles présentent à l'état gonflé, Ludtke a postulé l'existence de membranes transversales qui diviseraient la fibre en unités de longueur égale à 40 microns environ, et la longueur des fibrilles serait limitée à celle de ces unités (17). Hess a encore expliqué le gonflement dissymétrique des fibres qui se contractent longitudinalement et se dilatent transversalement sous l'action des réactifs de gonflement, par la présence de ces membranes (18).

L'existence de membranes, traversant la fibre dans toute son épaisseur, n'est pas admise par Ritter qui a observé des fibrilles de longueurs au moins égales à 230  $\mu$  dans des fibres de bois désagrégées mécaniquement (15). Cette longueur représente en effet, six fois celle des unités que Lüdtke a isolées par coupure chimique de la fibre.

Selon Farr, la structure de la fibrille serait aussi discontinue. L'auteur admet qu'elle est constituée par l'enchaînement de particules ellipsoïdales qu'il a réussi à isoler. Il suggère un nouveau concept de la structure des fibres cellulosiques qui serait celle d'un réseau de matière pectique renfermant des grains de cellulose visibles au microscope (16). Les dernières hypothèses qui ont été émises sur la structure fine de la cellulose ne sont pas en faveur d'une structure discontinue du système cellulosique des fibres.

D'après les travaux récents de Frey-Wissling (19) la structure submicroscopique des fibres est caractérisée par des microfibrilles anastomosées. La microfibrille serait constituée par un réseau de chaînes moléculaires dont les parties homogènes régulièrement ordonnées correspondraient aux micelles de cellulose. Celles-ci ne sont cependant pas indépendantes, mais réunies par des chaînes moléculaires qui peuvent participer à la formation de plusieurs micelles.

Selon Bailey (20) les unités les plus fines en lesquelles on peut désagréger les fibres ne seraient que des fragments hétérogènes d'un système cohérent formé de longs agrégats de chaînes moléculaires dont l'arrangement réalise une structure continue.

D'après ces hypothèses, les discontinuités du modéle de structure de la cellulose qui constitue les fibres seraient donc à l'échelle submicroscopique.

## TECHNIQUE EXPÉRIMENTALE

L'examen direct de la structure interne des fibres ne laisse pas d'être compliqué, car les fibres sont rondes, semi transparentes et leur très petit diamètre nécessite l'emploi de forts grossissements permettant de différencier, avec une précision suffisante, les plans que l'on veut examiner.

Pour analyser ces structures on fait surtout appel au gonflement (18) (21), c'est-à-dire aux transformations physico-chimiques qui sont en relation avec les propriétés très hygroscopiques de la cellulose. L'état de gonflement restreint qui précède la dissolution colloïdale se manifeste par une déformation dissymétrique de la fibre qui se contracte dans le sens longitudinal et se dilate dans le sens transversal; le diamètre de la fibre gonflée pouvant atteindre plusieurs fois le diamètre initial. Cependant si cet élargissement de la fibre en facilite l'examen microscopique, cette technique doit être utilisée avec circonspection car d'une part le gonflement déforme la fibre et, d'autre part, il peut entraîner une gélification et même une dissolution de certains de ses constituants.

Pour améliorer l'observation, on peut encore incorporer à la fibre certains pigments très divisés dont la dimension des grains soit de l'ordre de grandeur des pores du système cellulosique.

Enfin, la déformation mécanique et l'attaque chimique des fibres qui font apparaître ses plans de faiblesse structurale peuvent encore aider à en définir la structure (11).

Nous avons eu recours à ces différentes techniques. Nos recherches ont été effectuées successivement sur la fibre « naturelle » et sur la fibre « transformée » par hydrolyse et oxydation, et les détails de structure les plus typiques que nous avons mis en évidence dans ces conditions ont été fixés par des microphotographies

Les fibres ayant servi à notre étude ont été prélevées dans un échantillon de lin de Courtrai roui à l'eau courante dont la micrographie après rouissage est donnée fig. 11, pl. 11.

Les gonflements et attaques ont été provoqués sur la fibre non purifiée mais simplement traitée au Sohxlet dans un mélange à parties égales de benzène et d'alcool. Ce lavage avait pour but d'éliminer les graisses, cires et autres substances déposées superficiellement et de permettre ainsi une imbibition plus régulièr par les réactifs de gonflement.

L'hydrolyse et l'oxydation des fibres ont été réalisées dans des conditions très ménagées et progressives de manière à provoquer des ruptures locales aux endroits particulièrement moins résistants du système cellulosique sans que la structure fibreuse en soit désorganisée.

### EXAMEN DE LA FIBRE NATURELLE

a) Forme et dimensions de la fibre. — Les fibres constituent des éléments allongés dont le diamètre décroît plus ou moins régulièrement depuis la partie médiane jusqu'aux extrémités. La mesure de leur longueur effectuée sur 200 fibres nous a donné comme valeurs extrêmes : 3 à 8 cm. Leur section est polygonale (pentagonale ou hexagonale) et présente au centre une cavité circulaire dont le diamètre est petit par rapport à celui de la fibre. La mesure du diamètre médian de 200 fibres nous a donné comme valeurs extrêmes : 8 à 21 microns, et les chiffres relevés dans le tableau suivant indiquent, pour trois fibres, la variation du diamètre mesuré suivant toute leur longueur à des intervalles de 5 mm.

Variation du diamètre de la fibre (en microns)

Longueurs	:	0	10	20	25	<b>3</b> 0	35	40	50	60
Fibre 1 :		7	10	12	13	13,5	12	9		
Fibre 2 :		3,5	10	11	12	13,5	12	11	10	3,5
Fibre 3 :		10	17	21	20,5	19	17	17	12	

b) Examen dans la direction radiale. — Dans l'épaisseur de la paroi cellulosique on distingue des solutions de continuité qui délimitent des couches complexes disposées concentriquement autour de l'axe de fibre. L'épaisseur des couches élémentaires qui les composent est inférieure à la limite du pouvoir résolvant du microscope. Nous avons dénombré dans des sections de fibres purifiées trois couches complexes (fig. 14 pl. 111). Lorsque les fibres n'ont subi aucun traitement de purification, la structure apparaît parfois très hétérogène car les deux parois primaire et secondaire sont nettement séparées (fig. 15, pl. 111). Les épaisseurs relatives de ces deux parois sont assez variables et souvent la paroi interne se réduit à un anneau étroit autour du canal médullaire. c) **Examen dans la direction longitudinale.** — Dans cette direction, la structure de la fibre a été mise en évidence par les figures de gonflement obtenues dans les conditions suivantes :

1°) De l'argent métallique a été déposé dans la fibre, en traitant celle-ci successivement par le chlorure de sodium, le nitrate d'argent et en réduisant le chlorure d'argent formé par exposition à la lumière ou mieux par l'hydrosulfite de soude. La fibre était ensuite gonflée dans OHNa 10 % et lavée à l'eau distilée (fig. 16 et 24, pl. III et IV). Des figures analogues ont été obtenues en la teignant dans une solution de bleu de méthylène à 2 % et en la gonflant ensuite dans OHNa 10 %; dans ces conditions le colorant est précipité dans la fibre.

2°) La fibre a été gonflée dans une solution cuproammoniacale (solution d'NH<sup>3</sup> à 22° Bé contenant 2 % de CuO et 4 % d'OHNa) et lavée ensuite dans la soude à 4 % (fig. 17, 17 bis, pl. 111).

3") La fibre a été préparée comme au 2"), mais elle était préalablement tendue et fixée aux extrémités de manière à empêcher la contraction causée par le gonflement (fig. 18 et 18 bis, pl. 111).

4°) La fibre a été gonflée dans une solution cuproammoniacale de même composition qu'au 2°) sauf que la concentration en OHNa était de 2 %, ceci pour la contracter plus fortement (fig. 19, pl. IV).

5°) La fibre a été gonflée comme au 4°), mais après quelques secondes de contact avec la solution, elle était

fortement exprimée et immergée aussitôt dans la soude à 4 % (fig. 20, pl. IV).

Ces différentes figures de gonflement mettent en évidence des accidents transversaux dans la paroi cellulosique; on peut observer dans la fibre de la fig. 16 que l'argent s'est déposé suivant des raies transversales et que dans les fibres des fig. 17 et 18 éclairées en lumière polarisée, des raies particulièrement lumineuses sont visibles à l'extinction.

Nous avons d'ailleurs déjà signalé la présence de ces accidents dans les faisceaux de fibres (voir p. 22). Nous avons fait remarquer qu'ils y sont répartis avec une certaine périodicité et orientés dans des directions déterminées à travers le faisceau; aussi pouvons-nous considérer que ce sont des accidents de structure et non des altérations de la paroi dues à des actions mécaniques artificielles comme l'ontradmis quelques auteurs (8).

Un examen minutieux des figures de gonflement obtenues montre que ces accidents ne sont pas superficiels mais qu'ils intéressent les deux parois de la fibre; les uns assez régulièrement espacés de 100 microns troublent la continuité du systême cellulosique depuis la périphérie jusqu'au centre de la fibre (accidents A, A', A''...) tandis que les autres, intermédiaires et dont les espacements sont compris entre 20 et 40 microns, sont localisés dans la paroi secondaire (accidents B, B', B''...). Leurs positions relatives sont indiquées par le schéma de la fig. 21.



Fig. 21. — Répartition des accidents transversaux dans les deux parois de la fibre.

Examinons successivement la structure des deux parois à leur endroit.

Les couches cellulosiques de la paroi primaire présentent en A, A'... des plissements transversaux ou flexures visibles dans les figures 16, 17, 18, pl. III. Les fig. 17, 17 bis et 18, 18 bis, obtenues en lumière polarisée, donnent les deux aspects de la fibre correspondants aux positions d'éclairement et d'extinction. Le fait que ces accidents soient décelés en lumière polarisée lorsque la fibre est à l'extinction, montre bien que la paroi présente à leur endroit une orientation désordonnée par rapport à l'axe de fibre; en effet, le système cellulosique n'y étant pas orienté dans une direction parallèle à l'axe optique (axe de fibre) la condition d'extinction ne se trouve pas remplie. On peut d'ailleurs provoquer l'extinction totale de la fibre en la soumettant à un très petit effort de traction qui déplisse la paroi. Nous avons effectué l'expérience sur la fibre gonflée dans les conditions indiquées au 2° et avons pu observer que les raies lumineuses s'éteignent progressivement pendant la traction et reparaissent lorsqu'on laisse la fibre se détendre.

Ce comportement de la fibre étirée, au microscope polarisant, indiquerait que la continuité de la paroi primaire n'est pas interrompue à l'endroit de ces plis de structure, Pour le vérifier nous avons encore examiné cette paroi après l'avoir divisée en ses constituants fibrillaires. Cette structure peut être mise en évidence par action de OHNa 25 % sur la fibre fixée à ses extrémités de manière à empêcher, dans une certaine mesure, sa contraction. Dans ces conditions, la paroi primaire se désagrège en longs agrégats de fibrilles dont l'arrangement n'a pas été désorganisé par le gonflement. En partant de la périphérie, nous avons distingué successivement des couches dans lesquelles les fibrilles forment des enroulements hélicoïdaux de sens contraire, puis une couche complexe de fibrilles parallèles à l'axe de fibre. Les fibrilles des couches de structure hélicoïdale sont visibles dans là fig. 22. pl. IV: elles sont plus inclinées sur l'axe de fibre que dans la fibre naturelle; les angles sont de 10° et 20° au lieu de 5° et 10°.

Lorsque la paroi primaire est ainsi divisée, les accidents transversaux ne sont plus visibles en lumière polarisée, et les fibrilles ne présentent pas de solutions de continuité. Si nous déformons l'assemblage en l'étirant dans le sens de l'axe de fibre, nous remarquons que les fibrilles s'orientent d'abord parallèlement à l'axe d'étirement, puis glissent les unes par rapport aux autres (fig. 23, pl. IV); enfin si nous étirons jusqu'à la rupture, nous obtenons des cassures effilées, l'épaisseur de leurs extrémités se réduisant à celle

- 46 -

d'une fibrille. Ce mode de rupture est encore en faveur d'une structure continue de la paroi primaire.

La structure de la **paroi secondaire** est mise en évidence par les fig. 18 et 18 bis obtenues au microscope polarisant. Elle présente d'une part, des étranglements situés au niveau des flexures A, A'... de la paroi primaire et, lorsque la fibre a été incrustée d'argent et gonflée dans les conditions indiquées au 1°) nous distinguons au microscope ordinaire des détails de structure caractérisés par des retournements de 180° des couches cellulosiques (schéma de la fig. 21 et fig 24 pl. IV). Ils sont analogues à ceux que l'on observe dans les parties terminales de la fibre. D'autre part, la continuité de la paroi est encore troublée par des flexures situées dans les plans transversaux B, B'...

Les premiers accidents décrits nous apparaissent bien être des solutions de continuité de la paroi secondaire. Nous avons réussi à provoquer à leur endroit des ruptures transversales sans couper la paroi primaire (fig. 20, pl. IV); il suffisait, pour cela, d'exercer une pression sur la fibre gonflée comme au 5°. De plus, le plissement particulièrement accentué, que présente la fibre à ces endroits, lorsqu'elle s'est fortement contractée au gonflement, serait encore en faveur de l'existence de solutions de continuité (fig. 19, pl. III). Cette paroi est stratifiée, mais les couches ne présentent pas de fibrilles visibles au microscope.

## EXAMEN DE FIBRES TRANSFORMÉES PAR ATTAQUE CHIMIQUE

Les fibres n'ayant subi aucun traitement préalable de purification, ont été d'une part hydrolysées et d'autre part oxydées.

Comme agent d'hydrolyse, nous avons employé HCI 20% que nous avons fait agir à la température ambiante pendant des temps variables. La solution acide était saturée d'hydrogène pour empêcher l'action de l'oxygène de l'air. Les échantilions : LH10, LH20, LH40, LH60, LH 80 correspondent à des fibres hydrolysées pendant 10, 20, 40, 60, 80 heures.

L'oxydation a été provoquée de la manière suivante:

a) par action d'une solution d'hypochlorite de soude
à 10 gr. de chlore actif au litre et de pH compris entre
9 et 10.

b) par exposition de la fibre dans le rayonnement ultra-violet d'un arc à mercure. Les échantillons LUV1, LUV2, LUV3 correspondent à des fibres exposées pendant 1, 2, 3 semaines.

. c) l'effet du « vieillissement », c'est-à-dire d'une oxydation et aussi d'une hydrolyse très lentes, a été observé sur des fibres prélevées dans des bandelettes de momies datant de l'Egypte ancienne (1800 ans avant J.-C.).

Toutes ces fibres étaient, après transformation, . abondamment lavées à l'eau distillée et conservées à l'abri de la lumière. Transformées à ces degrés, elles ne présentent pas de lésions apparentes au microscope, mais, comme nous le montrerons, le gonflement fait apparaître les points attaqués dans les cas où l'hydrolyse et l'oxydation sont suffisamment prolongées. Nous avons employé pour cela OHNa 10 %.

## FIBRES HYDROLYSÉES

Par action de la soude, ces fibres se contractent moins que la fibre naturelle et nous avons observé que la contraction diminue lorsque le degré d'hydrølyse augmente, comme le montre le tableau suivant :

Fibre :	Contraction : %					
LH10	30					
LH20	26					
LH40	22-24					
LH60	<u> </u>					
naturelle	38					

Lorsque la durée d'hydrolyse atteint 60 heures, la fibre gonflée perd toute cohésion, et la mesure de la contraction n'est plus possible.

Les fibres LH10, LH20, gonflées ne présentent pas de coupures visibles au microscope. Celles-ci apparaissent chez les fibres LH40. L'attaque se manifeste par la présence de failles longitudinales entre les couches de la paroi; une pression exercée sur la fibre fait apparaître les fibrilles de la paroi primaire. Si l'attaque a été plus avancée (LH60) on distingue dans la paroi secondaire des coupures transversales au niveau desquelles les couches externes de structure hélicoïdale ne sont pas rompues.

Enfin, lorsque la fibre est suffisamment hydrolysée (LH80) elle se segmente complètement en tronçons de longueurs égales à 100, 37 et 17 microns environ, longueurs qui sont sensiblement égales aux distances entre les accidents A, A', A''... d'une part, et B, B', B'' (fig. 25, pl. V).

Les accidents transversaux de la paroi secondaire sont donc des plans de faiblesse structurale, et il semble bien que ce sont les ruptures provoquées dans cette paroi qui entraînent la segmentation de la fibre.

#### FIBRES OXYDÉES

a) Oxydation par l'hypochlorite de soude en milieu alcalin. — Par action de la soude (10 %) les fibres faiblement oxydées (LO5, LO10, LO20), se contractent dans les mêmes proportions que la fibre naturelle; les fibres plus oxydées (LO40) sont complètement solubles.

Les figures de gonflements obtenues avec les fibres LO5, LO10, LO20 ont les aspects suivants.

LO5 : la paroi présente des fentes radiales à bords arrondis qui prennent naissance à l'endroit des accidents transversaux A, A'... (fig. 26, pl. V). L'attaque est plus complète chez d'autres fibres qui sont complètement segmentées en tronçons, de longueurs variables, dont les surfaces terminales présentent une faible courbure (fig. 27, pl. V). La mesure de quelques tronçons isolés dans une préparation a donné des chiffres qui sont des multiples de la distance moyenne entre les accidents transversaux c'est-à-dire 35 microns : 210 - 105 - 70 microns. Nous avons de plus observé que la segmentation de la fibre se produit parfois dans la paroi secondaire, sans que la membrane externe soit rompue; la fibre prend alors l'aspect d'un tube dans lequel sont logés des tronçons séparés.

LO20 : les fibres sont complètement segmentées en tronçons de longueurs égales à 100 et 35 microns. Elles présentent l'aspect d'un collier de perles enfilées autour du canal central (fig. 28, pl. V).

Nous avons pu observer assez nettement dans ce dernier cas que les transformations morphologiques de la fibre gonflée, c'est-à-dire sa contraction longitudinale et sa dilatation transversale, sont déterminées par la déformation de la paroi secondaire dans laquelle s'accumule le liquide de gonflement. En effet, lorsque le liquide diffuse dans cette paroi, celle-ci se segmente à l'endroit des accidents transversaux et les unités gonflées tendent à prendre la forme de sphères. La fig. 28, pl. V montre bien que les faces 'terminales des segments sont devenues concaves, tandis que dans la direction radiale la dilatation est empêchée dans une certaine mesure, par un anneau provenant de la rupture de la membrane primaire. Il suffit d'ailleurs d'exercer une pression sur le segment gonflé pour observer que l'enveloppe qui retient le liquide se brise tandis l'anneau qui l'entoure se résout en un réseau de fibrilles entrecroisées et très inclinées sur l'axe de fibre.

Ce mécanisme du gonflement de la fibre peut être schématisé de la manière suivante (fig. 29).



**Fig. 29.** — Déformation de la paroi secondaire sous l'action des réactifs de gonflement.

LO30 : les segments de fibres n'ont plus l'aspect gonflé des figures précédentes; ils sont formés de très petites aiguilles enchevêtrées et orientées (fig. 30, pl. V). Sous l'effet d'une légère pression, les aiguilles se désagrèrent en grains qui se dispersent dans la préparation.

b) **Oxydation dans le rayonnement ultra-violet.** — La contraction des fibres LUV1 dans la soude à 10 % est voisine de celle de la fibre naturelle; celle des fibres LUV2 lui est supérieure. Au delà de ces degrés d'oxydation, les fibres sont complètement solubles dans la soude à cette concentration. Les figures de gonflement présentent des aspects différents de ceux que nous avons obtenus par oxydation dans l'hypochlorite de soude.

LUVI : la fibre gonflée présente des dilatations et des étranglements (fig. 31, pl. VI). Dans les zones dilatées on observe des plis serrés formés dans une membrane sous-jacente à la paroi primaire. Les étranglements se sont formés à l'endroit des accidents A, A', A''... où nous avons observé les arrêts de structure de la paroi secondaire.

LUV2 : la fibre présente l'aspect très plissé de la fig. 32, pl. VI. Ce plissement est localisé dans la membrane mitoyenne non-cell'ulosique qui sépare les parois primaire et secondaire. Cette membrane présente des solutions de continuité transversales et prend l'aspect d'un empilement des disques.

LUV3 : la cellulose se dissout dans l'agent de gonflement et il subsiste de la fibre un squelette formé par ses constituants non-cellulosiques dans lequel on observe des éléments transversaux. Ce squelette est mis en évidence dans la fig. 33, pl. VI, obtenue avec une fibre dans laquelle on avait provoqué un dépôt d'argent avant l'oxydation.

c) Effet du « vieillissement ». — Les fibres « vieillies » subissent au gonflement dans la soude une contraction qui s'élève à 15 % environ. La paroi primaire est en partie désagrégée et les fibrilles ne présentent plus l'arrangement régulier de la fibre non transformée; elle présente en outre des ruptures transversales (fig. 34, pl. VI). Ces fibres présentent les caractères des fibres hydrolysées LH40.

### CONCLUSIONS

Cette étude nous permet de tirer différentes conclusions sur la structure de la fibre, le mécanisme de son gonflement et ses transformations par hydrolyse et oxydation.

 1°) Les structures des deux systèmes cellulosiques qui constituent les parois principales de la fibre se différencient de la manière suivante :

La structure de la **paroi secondaire** n'est pas continue. Cette paroi est formée de couches concentriques de cellulose amorphe, interrompues par des accidents transversaux qui sont de deux sortes. Les premiers correspondent à des retournements de 180° des couches cellulosiques; leur répartition est périodique (équidistances d'environ 100 microns) et il nous semble bien que ce sont les limites d'unités de structure dont l'enchaînement constitue la paroi secondaire (25).

Ces unités sont protégées par des membranes noncellulosiques qui coupent transversalement la paroi secondaire. En effet, le squelette du système non-cellulosique de la fibre que nous avons obtenu par action de la soude sur la fibre oxydée dans le rayonnement ultraviolet, présente des éléments transversaux. Ces éléments ont d'ailleurs déjà été observés par Sakostchikoff sur des fibres dont la cellulose était préalablement dissoute par l'acide sulfurique (22).

Les seconds accidents sont situés entre les précédents; leur nombre et leur répartition sont sensiblement les mêmes chez toutes les fibres. Leur distance moyenne est environ 35 microns. Il est difficile d'en définir la nature; nous avons montré qu'ils sont comme les limites de structure, très sensibles à l'action des agents d'hydrolyse et d'oxydation (23). Nous ne pensons pas que la membrane non-cellulosique, qui protège la paroi, traverse le système cellulosique, qui endroit comme l'admet Lüdtke, mais il est très possible que la cellulose y soit dépolymérisée.

La structure de la **paroi primaire** est continue. Cette paroi est composée d'agrégats de fibrilles et leur assemblage peut être comparé à celui des faisceaux de fibres dans la tige (24). Il se divise en couches : dans les couches externes la disposition des fibrilles est hélicoïdale, dans les couches internes elles sont parallèles à l'axe de fibre.

Leur longueur est au moins égale à 100 microns.

Cette paroi présente en outre, des plissements transversaux, régulièrement espacés (100 microns), qui coïncident avec les arrêts de structure de la paroi secondaire. Ce ne sont pas des solutions de continuité du système cellulosique. En effet nous avons observé que la traction exercée avec ménagement, déplisse cette paroi sans la rompre et que les cassures de la fibre rompue sont effilées. Toutefois, ces accidents sont des points de moindre résistance vis-à-vis des agents d'hydrolyse et d'oxydation parce que d'une part, ils sont situés dans les plans de faiblesse structurale de la paroi secondaire et d'autre part, il est possible que les couches cellulosiques présentent à ces endroits des lésions dans lesquelles les réactifs diffusent plus facilement que dans les régions non désorganisées de la paroi.

2°) Les nombreuses figures de gonflement que nous avons examinées nous ont permis de saisir, dans une certaine mesure, le processus de déformation qui caractérise l'état de gonflement restreint de la fibre.

Il nous apparaît bien que celui-ci est lié à l'existence de solutions de continuité dans la paroi secondaire, comme Hess l'a d'ailleurs déjà suggéré (18).

En effet, nous avons observé que le liquide de gonflement diffuse dans la parei secondaire qui gonfle plus fortement que les couches qui l'entourent. L'accumulation d'eau dans les unités de structure entourées d'une membrane non-cellulosique déforme ces unités qui tendent à devenir sphériques. Cette déformation entraîne une dilatation de la paroi dans le sens transversal et une contraction dans le sens longitudinal, comme le montre le schéma de la fig. 35. Les couches de la paroi primaire se déforment simultanément et s'accommodent de la contraction de la paroi secondaire de la manière suivante : le pas des hélices décrites autour de l'axe de fibre diminue, autrement dit les inclinaisons des fibrilles sur cet axe augmentent; les couches de fibrilles parallèles à l'axe de fibre se plissent à l'endroit des accidents transversaux.



Fig. 35. - Déformation de la fibre par le gonflement

3°) L'examen des fibres « transformées » nous a montré qu'elles se comportent d'une manière différente au gonflement, selon qu'elles ont été préalablement hydrolysées ou oxydées.

A partir d'un certain degré d'hydrolyse la cohésion de la fibre diminue dans le sens transversal, car des ruptures se produisent entre les couches et les fibrilles. De plus, la fibre perd la propriété de se contracter. Les acides auraient donc une action préférentielle sur les membranes qui protègent les éléments cellulosiques et en particulier sur les membranes de la paroi secondaire, qui sont responsables de la contraction de la fibre au gonflement.

La fibre oxydée, au contraire, gonfle plus fortement que la fibre naturelle. Si son degré d'oxydation est suf-

ı

fisant, la cellulose peut être dissoute dans les alcalis, indépendamment du système non-cellulosique (oxydation dans le rayonnement ultra-violet). "On dispose alors d'un moyen d'isoler ces constituants sans modifier leur arrangement initial.

— <u>58</u> —

## APPENDICE

Préparation de coupe de fibres en vue de leur identification

Les fibres cellulosiques peuvent être identifiées d'après la forme de leurs sections transversales et comme l'ont déjà fait remarquer Kelaney et Searle, l'attaque par hydrolyse peut être utilisée pour préparer ces sections (26).

Nous en avons précisé les conditions pour la fibre de lin. Ces sections peuvent être obtenues par action de HCl 20 % à la température ordinaire pendant 80 heures environ, suivie d'une immersion dans OHNa 10 %. Elles ne sont pas déformées par le gonflement puisqu'il est négligeable dans ces conditions.

L'hydrolyse peut être très accélérée par une élévation de température (50°) et la méthode permet alors une identification rapide de la fibre, ce qui n'est pas possible lorsqu'on exécute les coupes au rasoir.

## PLANCHE 1



Hig. 1. — Coupe transversale d'une tige de lin x 130

Fig. 2. — Coupe transversale d'une filasse non rouie  $$x\ 360$$ 



Fig. 4. — Aspect en lumière polarisée d'un faisceau de fibres (position d'extinction). x 360



Fig. 3. — Schéma de la coupe longitudinale d'un faisceau de fibres.

PLANCHE II



Fig. 9. — Coupe transversale de la filasse nº 1. x 360

Fig. 10. — Coupe transversale de la filasse nº 2 x 360



Fig. 11. — Coupe transversale des filasses n°s 3 et 4. x 360

Fig. 12. — Coupe transversale des filasses nºs 5 et 6. x 360



Fig. 14. — Coupe transversale de fibres. x 1000

Fig. 15. — Coupe transversale de fibres non purifiées. x 360



Fig. 17 et 17 bis. — Fibre gonflée dans CuOammoniacal et légèrement étirée. (Photographie en lumière polarisée). x 800

•

ī



Fig. 18 et 18 bis. — Fibre gonflée dans CuO-ammoniacal et formement étirée (Photographie en lumière polarisée). x 800



**Fig. 16.** — Fibre incrustée d'argent très divisé. x 360



Fig. 19. — Fibres gonflées dans CuO-ammoniacal et non étirées (Photographie en lumière polarisée). x 400

## PLANCHE IV



**Fig. 20.** — Fibre gonflée dans CuOammoniacal (ruptures transversales dans la paroi secondaire +). x 360



Fig. 24. — Fibre incrustée d'argent (retournements des couches cellulosiques de la paroi secondaire +). x 360



Fig. 22. — Structure fibrillaire de la paroi primaire. x 800

Fig. 23. - Fibre de la fig. 22 étirée. x 800

## PLANCHE V



Fig. 25. — Fibres hydrolysées. (LH40) x 450



Fig. 26. — Fibre oxydée en milieu hypoch'orite de soude (LO5). x 360



Fig. 27. — Fibre oxydée en milieu hypochlorite de soude (LO5). x 360



Fig. 28. — Fibres oxydées en milieu hypochlorite de soude (LO20). x 360



Fig. 30. — Fibre oxydée en milieu hypochlorite de soude (LO30). x 360

### PLANCHE VI



Fig. 31. — Fibre oxydée dans le rayonnement ultraviolet (LUV1). x 180



Fig. 32. — Fibre oxydée dans le rayonnement ultra-violet (LUV2). x 180



Fig. 33. — Système non-cellulosique de la fibre. Oxydation dans le rayonnement ultra-violet (LUV3). x 180



Fig. 46. — Cassure d'une fibre étirée dans OHNa à 17.5 % sur 10 mm. x 360

.



Fig. 54. — Structure fibrillaire d'un fil de viscose. x 180



Fig. 34. — Fibre « vieillie » extraite d'une bandelatte de momie (1.800 ans av. J.-C.). x 360

## DEUXIÈME PARTIE

## PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

L'étude des propriétés mécaniques des fibres naturelles s'avère assez compliquée car d'une part, la technique expérimentale présente certaines difficultés et, d'autre part, ces propriétés sont influencées par des facteurs variés.

Au point de vue technique, les difficultés sont dues tout d'abord à la nature des fibres qui se présentent comme une multitude de petites individualités différenciées non seulement par leurs dimensions mais parfois aussi par des anomalies de croissance qui sont des caractères difficilement contrôlables. Aussi, étant donné qu'on ne dispose pas d'éprouvettes de traction identiques et calibrées, la mesure des constantes mécaniques nécessite l'exécution d'un grand nombre d'essais. De plus, le montage de l'éprouvette est malaisé à cause du petit diamètre des fibres et de leur aptitude à se déformer sous l'action de très petits efforts.

En outre, l'isolement des fibres constitue un problème délicat. Dans le cas de fibres libériennes généralement agrégées en faisceaux, ceux-ci ne peuvent être divisés à la main, et il faut avoir recours à des traitements chimiques qui dissocient l'agrégat sans altérer la fibre.

Les différents facteurs dont dépendent les propriétés mécahiques sont les suivants.

Il faut d'abord considérer l'état de pureté sous lequel se présente la fibre. En effet, les traitements chimiques de purification éliminent plus ou moins ses constituants non-cellulosiques et la cellulose qui forme le produit résiduel de ces traitements peut être altérée. L'influence de la purification sur les propriétés mécaniques des fibres cellulosiques a déjà été étudiée dans le cas de la ramie; Hess a observé que la purification accroît la résistance de la fibre (27).

Les propriétés mécaniques sont aussi influencées par les traitements mécaniques antérieurs qu'a subis la fibre. C'est ainsi que l'étude des fibres de chanvre, de ramie, et de coton nous a montré que l'hystérésis du cycle de traction décroît sous l'action d'efforts répétés et que la déformation devient finalement élastique (28).

Enfin, la structure cristalline de la cellulose peut être transformée par des actions physico-chimiques et la variété de cellulose obtenue: **la cellulose mercerisée**, possède un diagramme X différent de celui de la cellulose naturelle. Ce changement de structure peut être accompagnée d'une transformation des propriétés de la fibre (28). Par ailleurs, des observations générales faites sur les essais mécaniques ont établi que ceux-ci doivent être effectués dans des conditions bien précisées qui tiennent compte de la structure de la fibre et des facteurs capables de modifier ses caractères physiques (\*).

Mann a montré que la charge de rupture de la fibre de coton dépend de son état d'humidité (29).

Brown, Mann et Pierce ont aussi observé un changement d'allure du diagramme de traction à partir d'une teneur déterminée en humidité (30).

Pierce a examiné l'influence de la vitesse d'étirement sur la résistance de la même fibre et a montré que la charge de rupture diminue avec la vitesse (31).

Enfin cet auteur a encore signalé que la longueur du segment de fibre soumis à la traction intervient aussi dans la mesure des constantes mécaniques.

En résumé, ces propriétés dépendent principalement des facteurs suivants :

1°) - du procédé d'isolement des fibres;

2°) - de leur degré de purification;

 $3^{\circ}$ ) - des actions physico-chimiques capables de modifier la structure cristalline de la cellulose, comme le gonflement et la mercerisation;

<sup>(\*)</sup> Une bibliographie très complète est citée dans le mémoire de M. MICHEL-JAFFARD sur « La structure et les propriétés mécaniques des fibres », 14<sup>me</sup> Congrès de Chimie Industrielle, Lille, 1934, p. 768.

4°) - de l'histoire des traitements mécaniques antérieurs qu'elles ont subis;

5°) - de leur teneur en humidité;

6°) - de la vitesse d'étirement;

7°) - de la longueur de l'éprouvette de traction.

Il a encore été observé que les résultats obtenus dépendent de l'appareil employé pour les essais de traction (32).

Il en existe plusieurs types parmi lesquels nous citerons :

- l'appareil à contrepoids du type pendule (33);
- l'appareil hydrostatique (O'Neil);
- la balance de Krais (34);
- . la balance Barrath (35);
  - L'appareil de Polanyi (36).

Les renseignements que donne la littérature sur les propriétés mécaniques de la fibre de lin sont peu nombreux et souvent incomplets car, en général, les conditions des essais ne sont pas toutes précisées.

Des déterminations de la charge de rupture moyenne ont été faites à partir de diagrammes de fréquence dans lesquels figurent les charges de rupture des fibres avec leurs fréquences (37).

Karger et Schmidt ont enregistré les premiers le diagramme effort-déformation de la fibre naturelle et ont obtenu une courbe de traction linéaire (38).

Nous nous sommes proposé d'étudier plus systémati-

quement les propriétés de cette fibre en tenant compte des données énumérées ci-dessus. Dans cette intention, nous avons considéré les états les plus caractéristiques qu'elle peut présenter en l'examinant successivement à l'état naturel, purifié et mercerisé. Ceci nous a amené à préciser les points suivants.

Premièrement, nous avons établi, d'après un grand nombre d'essais, les valeurs moyennes de la résistance et de l'allongement à la rupture de la fibre naturelle; deuxièmement, nous avons recherché les conditions d'une purification ménagée de manière à éviter toute attaque possible de la cellulose et examiné les propriétés mécaniques de la fibre en fonction de son degré de purification; troisièmement, nous avons recherché si ses propriétés sont transformées par la mercerisation.

Nous ne pouvions prétendre, 'dans cette étude, à faire varier systématiquement tous les facteurs dont dépendent les propriétés mécaniques des fibres. Nous avons examiné plus particulièrement l'influence de la longueur de l'éprouvette de traction. La longueur généralement adoptée dans les essais est de 5 ou 10 mm.; mais étant donnée la structure de la fibre nous avons pensé qu'il était important d'étudier son comportement lorsqu'elle est étirée sur des longueurs plus petites.

Il importait en outre, d'utiliser un appareil permettant de faire varier toutes les modalités de l'essai. Nous avons mis au point en collaboration avec M. G. Chaudron une machine de traction qui répond à ces conditions. Elle est une modification des appareils hydrostatiques (type O'Neil) auxquels elle emprunte le mode de traction, mais elle s'en distingue plus particulièrement par un dispositif d'enregistrement des allongements qui permet d'atteindre une amplification élevée (28).

Cependant, l'étude mécanique des fibres exige beaucoup d'essais et, par conséquent, un appareil dont la manœuvre soit commode et rapide. La micromachine de traction pour fibres, que M. P. Chevenard, Directeur Scientifique de la Sté Commentry, Fourchambault, Decazeville a bien voulu construire dans cette intention, présentait ces avantages et nous l'avons utilisée pour une grande partie de nos essais (38).

Les fibres qui ont servi à cette étude ont été prélevées dans une filasse de lin roui par fermentation, dont la micrographie est donnée fig 11, pl. 11. Nous avons choisi cette filasse parce que la forme de la section des fibres est régulière et que le diamètre du lumen est petit relativement à celui de la paroi cellulosique; en effet, ces caractères sont à considérer lorsqu'on veut évaluer la surface de la section. En outre, les faisceaux fibreux ayant été presque complètement désagrégés par le rouissage, il était possible, dans ce cas, d'isoler les fibres à la main sans devoir recourir à un traitement chimique.

#### CHAPITRE PREMIER

# MESURE DES CONSTANTES MÉCANIQUES DE LA FIBRE NATURELLE

### MACHINES DE TRACTION EMPLOYÉES

La machine que nous avons mis au point utilise un fléau de balance sensible (1/10 mgr) pour transmettre les charges à la fibre. La traction est exercée à l'aide d'un flotteur suspendu à l'un des bras du fléau et dont on fait varier la poussée hydrostatique. Ce flotteur est immergé dans un vase cylindrique qui est vidé ou empli à débit constant. Dans ces conditions la charge varie linéairement en fonction du temps et le sens de la traction peut être inversé. La fibre est montée entre deux mordaches disposées de façon que la traction soit verticale. L'une d'elles est fixée au second bras du fléau et l'autre est fixée sur son support. Leur distance est réglée à l'aide d'une vis micrométrique. Les mordaches sont en outre logées dans un manchon de verre dans lequel on peut introduire un liquide ou faire circuler un gaz pour effectuer la traction dans le milieu voulu.

Les déplacements de la mordache qui étire sont enregistrés par le jeu d'un miroir concave M' oscillant
autour d'un axe horizontal O. Le miroir est muni d'un petit levier R' sur lequel appuie la pointe d'un poussoir fixé sur l'aiguille de la balance à une distance R de l'axe de suspension (fig. 36).



Un rayon lumineux issu d'une source ponctuelle placée au centre optique du miroir M' est réfléchi par celui-ci sur un second miroir plan M animé d'un mouvement de rotation uniforme autour d'un axe vertical. Après cette seconde réflexion le spot tombe sur un verre dépoli ou sur une plaque photographique P placés à une distance telle que :

## SO = OMP

Dans ces conditions les déplacements verticaux du spot, dus à la rotation du miroir M', sont proportionnels aux déviations du fléau c'est-à-dire aux allongements de la fibre et ses déplacements horizontaux sont proportionnels au temps étant donné que le miroir M tourne à une vitesse uniforme. La composition de ces deux mouvements du spot permet donc d'enregistrer une courbe dans laquelle figurent en abscisses les temps, ou les charges qui leur sont proportionnelles, et en ordonnées les allongements.

Le coefficient K d'amplification est donné par la relation suivante :

Si 2 'l = longueur du fléau

r = rayon de courbure du miroir concave R et R' = les distances indiquées dans la fig. 37

$$K = \frac{2r}{l} \frac{R}{R'}$$

En effet, la construction géométrique de la fig. 39 donne :



- 80 -

Les constantes de l'appareil ont été choisies de manière à avoir :

K == 100

Ce coefficient reste constant tant que les déviations du fléau sont inférieures à un certain angle  $\alpha_0$ . En effet, si R et r sont des longueurs fixes, la longueur R' décroît à partir d'une déviation pour laquelle le poussoir commence à glisser sur le levier. Il faut donc faire un étalonnage de l'appareil pour déterminer l'allongement maximum qu'on peut enregistrer afin de rester dans les limites de proportionnalité entre les élongations du spot et les allongements de la fibre.

Ce mode d'enregistrement des allongements présente l'avantage de pouvoir modifier le coefficient d'amplification de l'appareil dans de larges limites. Le réglage peut être effectué en déplaçant l'équipage optique sur l'aiguille de la balance de manière à faire varier la longueur R. L'appareil permet aussi de faire varier la vitesse d'étirage, d'inverser le sens de la traction, enfin d'étirer la fibre sur des longueurs différentes.

Micromachine de Traction pour fibres, système P. Chévenard. — La fibre est fixée entre deux mâchoires disposées de manière que l'axe d'étirement soit horizontal. La mâchoire qui étire est entraînée par un moteur électrique animé d'un mouvement parfaitement uniforme. La vitesse du moteur est réglable et le sens de la marche peut être inversé. La machine comporte

en outre un trépied amplificateur sur lequel est fixé un miroir. Les trois pointes de ce trépied forment un triangle rectangle. La pointe de l'angle droit subit dans une direction normale au plan des trois pointes, un déplacement égal à la fléche d'un ressort dynamométrique auquel est fixée la deuxième mordache, et par conséquent proportionnel à la traction exercée sur la fibre. Une autre pointe accompagne dans son déplacement la mordache qui étire la fibre; elle subit donc un déplacement égal à celui de la pointe de l'angle droit, augmenté de l'allongement de la fibre; la troisième pointe est fixe. Le miroir reçoit un rayon lumineux issu d'une source ponctuelle et le réfléchit sur une plaque photographique. Dans ces conditions, la courbe enregistrée par le jeu du miroir a pour ordonnée l'effort répéré par la flèche du ressort et pour abscisse l'allongement de la fibre.

La machine admet des éprouvettes de longueurs comprises entre 1 et 10 mm.

Les vitesses de traction qu'elle permet d'utiliser correspondent à une avance de la mâchoire qui étire, comprise entre 0,2 et 2,2 mm/minute. Deux coefficients d'amplification peuvent être utilisés qui sont respectivement égaux à 68,4 et 34,2.

**Préparation de l'éprouvette de traction.** — On découpe dans une bande de papier millimétré un rectangle de longueur égale à celle du segment de fibre que l'on veut étirer. On applique la fibre sur le cadre comme 'le montre la figure ci-dessous, puis on la fixe à l'aide de colle de manière que celle-ci affleure exactement aux bords intérieurs du cadre.

- 82 -

Lorsque l'éprouvette est mise en place dans les pinces de l'appareil, on coupe la bande latérale de papier avec des ciseaux pour libérer la fibre.



Fig. 38

Ce montage exige les précautions suivantes :

a) la fibre ne doit pas être étirée pendant la manipulation;

b) elle doit être fixée sur le cadre de papier de manière à être exactement parallèle à l'axe d'étirement des mordaches;

c) la colle ne doit pas déborder sur la partie utile (1)
 de la fibre, ce qui réduirait la longueur de l'éprouvette.

## DIAGRAMMES DE TRACTION

Les courbes effort-déformation ont été enregistrées dans les conditions suivantes :

-- « Eau d'humidité » des fibres : 5,5 %.

- Longueurs d'éprouvette : 1 et 10 mm.
- Vitesse de traction 2 et 2,10<sup>-2</sup> mm/min.

La déformation est caractérisée par une série de décrochements qui se répartissent d'une manière différente sur les courbes dont l'allure générale est linéaire (fig. 39).

Ces accidents sont de plus en plus accentués et correspondent à des allongements de plus en plus importants lorsqu'on fait décroître la longueur étirée de 10 à 1 mm.

La forme de la courbe est aussi influencée par la vitesse d'étirage. C'est ainsi que pour la vitesse la plus faible (v =  $2,10^{-2}$  mm/min) la courbe ne présente pas d'accidents mais une faible courbure à son début.



Fig. 39. - Diagrammes de traction de la fibre naturelle.

Le cycle de traction présente de l'hystérésis. Si l'on fait subir à la fibre des efforts répétés entre la charge

nulle et une charge fixe très voisine de la charge de rupture statique, l'hystérésis décroît après 8 alternances et la déformation devient réversible.

## CONSTANTES MÉCANIQUES

Nous avons dit précédemment que la détermination des constantes mécaniques doit comporter un certain nombre de mesures.

Pour avoir une estimation aussi correcte que possible de leurs valeurs moyennes, nous avons mesuré la charge et l'allongement à la rupture de 100 fibres et, afin de nous rendre compte de leur répartition nous avons tracé des diagrammes dans lesquels chacune des valeurs obtenues figure avec la fréquence qui 'ui correspond. En outre, ces diagrammes ont été établis pour des longueurs d'éprouvettes très différentes, c'est-àdire 1 et 10 mm.

Les conditions des essais sont les suivantes :

	longueur des fibres essayées :	40 à 70 mm.
	« eau d'humidité » des fibres :	5,5 %
<b></b>	longueurs d'éprouvettes :	1 = 10  mm. 1 = 1  mm.
	vitesse de traction :	2 mm/min.

**Résistance à la rupture.** — Les diagrammes de fréquences des efforts de rupture montrent que la répartition des valeurs obtenues est influencée par la longueur (1) de l'éprouvette (fig. 40); en effet, si :

I = 10 mm, le maximum de la courbe est situé dans l'intervalle 9-15 gr,





Ce maximum se déplace donc vers les charges de rupture élevées lorsque 1 décroît.

Fig. 40. — Diagrammes de fréquences des charges de rupture (l = 1 et 10 mm.)

Nous avons calculé la résistance par unité de surface des fibres dont les charges de rupture sont comprises dans les intervalles de fréquences maxima.

La surface de la section était évaluée en assimilant le contour de la fibre à un cercle et en ne tenant pas compte du vide correspondant au canal médullaire. Le diamètre était mesuré après rupture à l'endroit de la cassure qui se produit toujours dans un plan perpendiculaire à l'axe de fibre.

Les valeurs de la résistance exprimées en kg/mm<sub>2</sub> sont relevées dans le tableau ci-dessous qui montre que les écarts, entre les valeurs trouvées, sont dans les limites de l'erreur que comporte la mesure du diamètre.

Longueur d'étirage en mm	Charge de rupture en gr	Diamètre en microns <u>+</u> 1,1	Résistance en Kg/mm2
10 10 1 1	10 13 17 20 24	10,3 12 13,7 15,4 17,1	$120 \pm 25$ $117 \pm 21$ $128 \pm 20$ $108 \pm 15$ $105 \pm 14$

Nous obtenons donc comme valeur moyenne 116 kg/mm<sup>2</sup> et pouvons considérer que la résistance à la rupture de la fibre n'est pas influencée par la longueur de l'éprouvette dans les limites essayées c'est-à-dire 1 et 10 mm. Cependant, les diagrammes de fréquence établis montrent que les fréquences des charges de rupture élevées augmentent tandis que celles des charges faibles diminuent lorsque la longueur d'éprouvette décroît.

Il suffit de considérer la forme de la fibre pour se rendre compte que la répartition des charges du diagramme de fréquence n'est pas indépendante de la longueur du segment sur lequel la traction est effectuée. En effet, la fibre affectant la forme d'un fuseau (fig. 41), la section des extrémités de l'éprouvette prélevée dans sa partie médiane est d'autant plus petite que l'éprouvette est plus longue; il s'ensuit donc que la charge de rupture doit diminuer si la longueur de l'éprouvette croît à condition que la rupture se produise à l'endroit où la section de la fibre est minima.

C'est ce que nous avons observé et c'est ce qui explique en outre que la rupture de l'éprouvette se produit généralement à l'endroit d'une attache.



Fig. 41. - Variations du diamètre de la fibre.

Allongement à la rupture. — Etant donné les erreurs que comporte cette mesure et plus particulièrement dans le cas où la longueur de l'éprouvette est égale à 1 mm, nous avons pris comme allongement moyen les valeurs de fréquence maxima données par les diagrammes de répartition des allongements relatifs (fig. 42). c'est-à-dire :

pour I = 10 mm, A % = 1 et 1,5 (fréquence 40 et 36)

pour I = 1 mm, A % = 5 (fréquence 53).





Remarquons que la dispersion des valeurs de A %augmente lorsque l diminue; comme on pouvait s'y attendre. Les allongements compris entre 5 et 15 % que nous enregistrons pour l = 1 mm correspondent aux

-- 88 -----

erreurs négatives que comporte le montage de l'éprouvette puisque, d'après les résultats obtenus, l'allongement varie en sens inverse de la longueur étirée. Il atteindrait donc au moins 15 % si la traction était effectuée sur une longueur inférieure à 1 mm.

### INFLUENCE DU GONFLEMENT

Les fibres cellulosiques subissent un gonflement réversible dans des liquides polaires tels que l'eau, le glycol, la formamide sans que cette transformation entraîne une contraction sensible de la fibre. Ce gonflement est supposé intermicellaire car il ne modifie pas le réseau cristallin de la cellulose.

Nous avons mesuré les constantes de la fibre étirée dans la formamide. Pour une éprouvette de longueur égale à 1 mm. les mesures ont donné :

$$R kg/mm_2 : 160$$
  
 $A \% = 15 à 20$ 

La courbe de traction de la fibre ainsi gonflée est linéaire et l'accommodation du cycle de traction montre que l'hystérésis décroît progressivement pour devenir nul après un nombre d'efforts suffisant (8 alternances). A cet égard, la fibre gonflée se comporte donc comme la fibre contenant son eau d'humidité, c'est-àdire 5,5 %.

En résumé, l'étude mécanique de la fibre naturelle nous a donné les résultats suivants : - 90 -

1°) Les charges de rupture des fibres varient dans de larges limites, mais si nous rapportons les charges aux surfaces des sections, nous obtenons une valeur uniforme de la résistance, c'est-à-dire : 116 kg/mm<sup>2</sup>, quelle que soit la longueur du segment de fibre soumis à l'essai de traction.

 $2^{\circ}$ ) Par contre l'allongement relatif à la rupture dépend de cette longueur et varie en sens inverse. Il atteindrait au moins 15 à 20 %, quelle que soit la charge de rupture, si la fibre était étirée sur une longueur inférieure au mm.

 $3^{\circ}$ ) Le gonflement réversible de la fibre accroît sa résistance qui, dans les conditions où nous avons opé ré, atteint 160 kg/mm<sup>2</sup> avec un allongement à la rupture de 15-20 %.

#### CONCLUSION

Les résultats obtenus montrent que la déformation de la fibre présente les caractères d'une déformation plastique. Mais, étant donné d'une part que le cycle de traction accommodé devient réversible et, d'autre part, que la rupture de la fibre se produit toujours dans un plan perpendiculaire à son axe, il semble bien que l'allongement plastique de la fibre résulte d'une déformation d'ensemble de la paroi primaire. La traction orienterait les couches fibrillaires constitutives de cette paroi dans la direction de l'axe de fibre, et cela, sans qu'il y ait glissement des fibrilles les unes par rapport aux autres.

La paroi primaire formerait donc un système cohérent dans lequel les liaisons transversales sont plus résistantes que les unités dè structure cellulosiques.

.

#### CHAPITRE II

## PURIFICATION DE LA FIBRE ET INFLUENCE DE CE TRAITEMENT SUR SES CONSTANTES MÉCANIQUES

Les substances non-cellulosiques qui entrent dans la constitution de la fibre de lin sont formées de matière pectique et d'hémicelluloses.

La purification consiste à é iminer ces substances de manière à obtenir des fibres constituées par de la cellulose aussi pure que possible et dont la résistance mécanique n'est pas altérée. Elle comprend plusieurs traitements qui utilisent l'action des alcalis dilués, celle des agents oxydants, enfin celle des acides dilués et met à profit la passivité relative de la cellulose visà-vis de ces réactifs. L'effet de l'oxydation est de détruire les matières colorantes naturelles qui imprègnent la fibre mais surtout d'attaquer la matière pectique et les hémicelluloses de manière à accroître leur solubilité dans la solution alcaline diluée. Enfin des lavages en milieu acide sont nécessaires pour débarrasser la cellulose des traces de composés minéraux qu'elle contient .

Il n'existe pas de méthode type de purification du lin, mais des procédés dont les conditions, appréciées empiriquement, dépendent de l'état de maturité et du degré de rouissage (40). En principe, tous les procédés consistent à faire subir à la fibre les trois traitements suivants :

a) un traitement alcalin à 100° (débouillissage);

b) un traitement oxydant (blanchiment);

c) un lavage en milieu acide (acidage)

et à répéter ce cycle d'opérations jusqu'à ce que la totalité des substances solubles dans ces conditions soit extraite.

#### PURIFICATION DE LA FIBRE

**Mode opératoire.** — Une étude méthodique de la purification des fibres ayant servi à nos essais nous a fait adopter les conditions suivantes.

Le réactif alcalin employé est la soude à 1 % contenant environ 1 % d'un produit mouillant (lgépon T); le rapport du volume de solution au poids de fibres mis en œuvre est égal à 25. Les fibres placées dans un ballon à large col muni d'un réfrigérant à reflux sont soumises à l'action de cette solution bouillante pendant 5 heures.

Le réactif oxydant est une solution d'hypochlorite

de soude de pH compris entre 9 et 10, celui-ci étant maintenu constant; le rapport du volume de solution au poids de fibre mis en œuvre est égal à 20.

Après blanchiment, les fibres sont lavées avec une solution de bisulfite de soude à 2 gr. au litre pour éliminer le chlore, puis sont immergées pendant un quart d'heure dans HCI N/20, lavées à l'eau distillée et enfin à l'eau légèrement ammoniacale.

Le lin qui a servi à nos essais a nécessité cinq traitements complets de purification; les conditions de ces traitements et les pertes de poids qui en résultent sont les suivantes :

#### Traitement I :

a) action de la soude à 1 % à l'ébullition - durée :
 5 heures;

3 lavages à l'eau distiliée bouillante, un lavage en milieu acide et lavages à l'eau;

- b) action de l'hypochlorite de soude à 1 gr. au litre à 20° - durée : 1 heure.
- c) lavages en milieu acide et à l'eau.
  .Perte de poids : 23,8 %.

#### Traitement II :

a) comme la).

1

- b) action de l'hypochlorite de soude à 0,5 gr. au litre à 20° - durée : 30 minutes.
- c) comme 1 c). Perte de poids : 6 %.

#### Traitement III :

- a) comme 1 a).
- b) action de l'hypochlorite de soude à 0,5 gr. au litre à 20° - durée : 30 minutes.
- c) comme 1 c). Perte de poids : 2,9 %.

#### **Traitement IV :**

- a) comme 1 a).
- b) action de l'hypochlorite de soude à 0,5 gr. au litre à 20° - durée 15 minutes.
- c) comme 1 c). Perte de poids : 1,1 %.

## Traitement V :

- a) comme I a).
- b) comme (V b).
- c) comme I c). Perte de poids : 3,65 %.

## Traitement VI :

- a) comme l a).
  - Perte de poids : 0.
- Perte de poids totale : 37,5 %.

**Titre en**  $\alpha$  – **cellulose.** — Il était important de vérifier si les fibres n'ont pas subi d'hydrolyse ni d'oxydation au cours de ces traitements.

La résistance de la cellulose à l'action des alcalis concentrés pouvant être utilisée comme critérium d'une altération chimique, nous avons déterminé la teneur en  $\alpha$  - cellulose des fibres provenant du traitement n° V, c'est-à-dire la portion de cellulose insoluble dans la soude à 17,5 % à 20°.

Le dosage effectué dans les conditions indiquées par la méthode standart américaine (41) a donné comme teneur 99 % d' $\alpha$  -cellulose.

Cet essai de purification nous a donc permis d'éliminer 37,5 % de constituants non-cellu'osiques et d'obtenir des fibres dont la haute teneur en  $\alpha$  -cellulose indique qu'elles n'ont pas subi d'attaque.

La détermination des pertes de poids au cours de la purification nous a montré, en outre, que plus de la moitié des substances extraites (23 %) est éliminée pendant le premier traitement alcalin, fandis que quatre autres traitements alcalins, suivis d'une oxydation, sont nécessaires pour solubiliser la fraction restante (fig. 45).

- Un examen microscopique nous a permis de vérifier que les substances extraites au cours du premier traitement sont constituées en majeure partie par les membranes de substance pectique qui adhérent à la surface des fibres (lamelles mitoyennes).

Nous avons d'ailleurs isolé ces membranes en soumettant les fibres immergées dans la soude froide à 1 % à une vive agitation; dans ces conditions elles se détachent et peuvent être recueillies après décantation de la solution. Elles représentent environ 18 % du poids de la fibre.

La deuxième fraction plus difficile à solubiliser, serait représentée par les constituants non-cellulosiques qui font partie intégrante de la fibre, c'est-à-dire les substances pectiques et les hémicelluloses insérées entre les couches de la paroi secondaire. Le fait que cette paroi se trouve séparée de la phase liquide par la paroi primaire à travers laquelle les réactifs et les produits d'hydrolyse doivent diffuser, expliquerait d'ailleurs cette extraction très lente.

## CONSTANTES MÉCANIQUES

La résistance et l'allongement à la rupture des cinq échantillons prélevés pendant la purification sont mesurés dans les conditions suivantes :

- Dimensions des fibres essayées : longueurs 5 à 7 cm. diamètre 17 à 20  $\mu$ .
- Eau d'humidité : 5 %.
- Longueurs d'éprouvette : l == 1 et 10 mm.
- Vitesse de traction : 2 mm/min.

Les chiffres relevés dans le tableau suivant représentent les valeurs moyennes de la résistance et de l'allongement établies d'après 25 essais. La charge moyenne est rapportée à la moyenne des sections des 25 fibres rompues, les diamètres étant mesurés à l'endroit des cassures qui sont comme pour la fibre naturelle dans un plan perpendiculaire à l'axe de fibre.

ÓÓ.	
22	

Traitement Nº	Perte de Poids	R Kg/mm2 1 = 1 mm. 1 = 10 mm.	$\begin{array}{ c c c } A & \% \\ \hline 1 &= 10 & 1 &= 1 \\ & & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & $	
0	0	115 -t- 18	1 à 1,5	5
1	23.8	100 + 12	2,5	5-7
2	6	99 + 12	2	3
3	2,9	$75 \pm 8$	3	3
4	1,1	109 🛨 13	4-5	5-7
5	3,65	$100 \pm 12$	3,5	5-7
6	0	75 🕂 8	3 .	5-7

**Courbes de traction.** — La courbe des fibres provenant du traitement n° IV pdur lesquelles l'allongement passe par un maximum (I = 10 mm) présente au début un palier d'allongement à faible variation de charge. Dans les autres cas, les courbes sont sensiblement linéaires et montrent des décrochements.

Le cycle de traction présente de l'hystérésis, mais sous l'action d'efforts répétés la déformation devient élastique.

Les résultats obtenus montrent que les caractéristiques mécaniques de la fibre varient au cours de sa purification, mais sont très voisines de celles de la fibre à l'état naturel·lorsque la purification est complète.

En effet, la résistance à la rupture décroît au début, passe par un minimum pour croître ensuite jusqu'à  $100 \pm 12 \text{ kg/mm2}$  (fibre naturelle : R = 115 ± 18 kg/mm<sub>2</sub>), l'allongement correspondant étant 5-7 % pour l = 1 mm. (fibre naturelle : A % = 5 pour l = 1 mm) (fig. 43).



Fig. 43. — Variations de la résistance et pertes de poids de la fibre au cours de la purification.

Pour un degré de pureté intermédiaire, la résistance et l'allongement passent par un minimum car nous obtenons après le troisième traitement :

 $R \text{ kg/mm2} = 75 \pm 8$ A % = 3 (1 = 1 mm).

Il semble qu'à ce moment de la purification, la fibre soit devenue plus fragile. Cet état est probablement dû au fait que les matières incrustantes difficilement hydrolysables se répartissent d'une manière homogène dans la fibre avant de passer en solution. Il se produi- 101 ---

rait alors une sorte « d'encollage » qui aurait pour effet de la rendre cassante (\*).

#### CONCLUSION

Le mode de purification que nous avons adopté nous permet d'extraire les constituants non-cellulosiques de la fibre représentés par 37,5 % de son poids, sans que ses caractéristiques mécaniques en soient transformées. Il faut donc admettre que ces substances sont réparties dans la fibre de manière telle que leur élimination ne modifie pas la continuité et la cohésion du système cellulosique.

Cependant nous n'avons pas de critérium permettant d'apprécier avec une grande certitude que tous les constituants sont extraits par la purification. Il est possible que la fibre contienne encore des impuretés insolubles dans les agents chimiques généralement employés et qui interviennent dans sa solidité.

<sup>(\*)</sup> La même observation a été faite sur la filasse de lin au cours du rouissage à l'eau sous pression.

CHAPITRE III

# TRANSFORMATION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE LA FIBRE PAR LA MERCERISATION

La cellulose mercerisée constitue une variété de cellulose qui se'distingue essentiellement de la cellulose naturelle par son diagramme de diffraction X, caractéristique d'un état cristallin différent. Elle prend naissance lorsqu'on libère la cellulose de ses combinaisons d'addition avec les solutions alcalines concentrées ou qu'on la régénère de certaines combinaisons complexes et dérivés solubles qu'elle est susceptible de donner.

Le procédé généralement employé pour obtenir des fibres à l'état mercerisé consiste à traiter celles-ci à la température ordinaire, par des solutions sodiques de concentrations supérieures à 10 % et à éliminer ensuite par des lavages à l'eau l'alcali fixé.

D'après certains auteurs, la cellulose formerait avec la soude des combinaisons définies. En particulier, pour les concentrations comprises entre 10 et 22 % il se formerait le composé désigné sous le nom **d'** « alcalicellulose 1 » et répondant à la formule :

## 2 C<sup>6</sup>H<sup>10</sup>O<sup>5</sup>, OHNa.

 $(42)^{1}$  (43). La formation de l'alcali-cellulose I est accompagnée d'un changement du diagramme X de la cellulose (44). De plus, elle correspond au gonflement maximum que peut subir la fibre, lorsqu'elle est traitée par la soude à des concentrations croissantes. Dans le cas de la fibre de lin, le gonflement maximum se produit pour une concentration voisine de 10 %, la contraction correspondante atteignant 40 % (45).

La mercerisation transforme les caractères physiques de la fibre. Celle-ci est contractée d'environ 25 % de sa longueur initiale. Elle est plus poreuse et son hygroscopicité augmente; au sein de l'eau elle fixe une quantité d'eau d'hydratation deux fois plus grande (46). Mais, la différence qui existe entre la cellulose naturelle et la cellulose mercerisée consiste surtout dans une transformation physique du réseau cristallin, dans lequel la mercerisation déterminerait un nouvel arrangement des groupes constitutifs glucose.

La cellulose que l'on peut régénérer à partir de certaines de ses combinaisons solubles, présente la structure cristalline de la cellulose mercerisée, mais ne possède plus la structure fibreuse. C'est une matière tenace, plastique et qui peut être tréfilée à l'état de solution. Le fil de cellulose obtenu présente une résistance mécanique élevée, cependant il se distingue d'une fibre cellulosique natúrelle par une grande plasticité. La résistance d'un fil de viscose (cellulose régénérée du xanthogénate de cellulose) peut atteindre 25 kgs/mm<sup>2</sup> avec un allongement de 25 %. On peut d'ailleurs augmenter ces caractéristiques en étirant le fil à une vitesse très lente dans un milieu de gonflement. C'est ainsi que, étiré dans des conditions convenables, le fil de viscose peut supporter un allongement de 100 % avec une résistance de 40 kgs/mm<sup>2</sup>; cet accroissement de solidité correspond à une orientation de la structure du fil qui tend à prendre la structure fibreuse (47).

Une étude systématique des fibres mercerisées obtenues directement par l'action des bases surles fibres naturelles n'a pas été faite. Il est admis que ce traitement n'apporte pas 'un grand changement aux propriétés mécaniques de la fibre (48). Cependant, ces propriétés étant liées à la structure fine des corps, on pouvait se demander si la transformation du réseau cristallin de la cellulose n'entraîne pas un changement dans le mode de déformation de la fibre.

Comme nous l'avons fait pour la fibre naturelle, nous avons examiné plus particulièrement les facteurs suivants : le degré de pureté initial des fibres et la longueur du segment soumis à la trac tion, les essais étant effectués d'une part, sur la fibre mercerisée contenant son eau d'humidité normale et d'autre part, sur cette fibre gonflée dans la formamide.

La mesure des constantes mécaniques en fonction de la longueur de¢l'éprouvette nous ayant montré que l'influence de ce facteur est prépondérante, nous avons alors pensé à faire une étude similaire d'un fil de viscose afin de nous rendre compte si ce facteur intervient au même titre dans la détermination des caractéristiques mécaniques d'une cellulose régénérée.

Enfin, il était encore intéressant d'étudier le comportement de la fibre étirée dans le milieu où se forme la combinaison alcali-cellulose I. Le mode de fixation de la soude par la cellulose n'est pas bien établi car certains auteurs ne considèrent pas les alcali-celluloses comme des combinaisons moléculaires mais croient qu'il s'agit d'un phénomène d'adsorption. Si cette combinaison existe, on pouvait en effet prévoir que l'insertion des molécules de soude entre les chaînes cellulosigues diminue leur attraction mutuelle et par conséquent accroît la plasticité de la fibre. C'est ce que nous avons cherché à vérifier.

#### **PRÉPARATION DES FIBRES**

a) Combinaison « alcali-cellulose I ».

Les fibres de lin purifiées sont mises en contact avec la soude à 17,5 % à 20° pendant 30 minutes environ. La macération doit être effectuée dans un vase bouché pour éviter une oxydation de la cellulose au contact de l'air.

b) Mercerisation.

Les fibres transformées en alcali-cellulose sont lavées abondamment dans l'eau distillée à 20°, puis dans l'acide acétique dilué (5 %), de nouveau à l'eau distillée, et enfin à l'eau faiblement ammoniacale. Elles sont ensuite séchées, à température ordinaire (T = 20°, H.R. = 65%), jusqu'à poids constant.

c) Elimination de « l'eau d'humidité ».

Celle-ci est éliminée par dessication à 65°, en présence d'anhydride phosphorique, jusqu'à poids constant.

d) Mesure de la contraction des fibres.

La mesure est effectuée sur des longues fibres (7 à 8 cm). Celles'ci sont fixées par une extrémité à un support et tendues au moyen d'un petit tube en verre en forme d'L pesant 5 mmgr. dans l'eau. Les longueurs sont mesurées, sur les fibres immergées dans le réactif, au moyen d'une échelle millimétrique fixée au tube contenant le liquide. Elles sont appréciées à 0,5 mm. près.

e) Remarque sur la préparation des éprouvettes de traction.

Le montage des éprouvettes demande beaucoup de soin car les fibres mercerisées se déforment d'une manière permanente sous l'action d'efforts très faibles.

## COMBINAISON ALCALI-CELLULOSE I

Elle est préparée à partir de fibres purifiées au maximum (fibres provenant du traitement n° V de la purification). La traction est effectuée sur des éprouvettes de longueurs (1) respectivement égales à 1 et 10 mm, et immergés dans la soude; elles subissent dans ces conditions une contraction égale à 28 %.

Les résultats pouvant être influencés par la vitesse de traction, à cause de l'état très visqueux de la fibre, nous avons fait varier ce facteur dans le rapport de 1 à 100; nous avons adopté : 2.10<sup>-2</sup> et 2 mm/minute.

## Courbes de traction.

Les courbes présentent à l'origine un palier d'allongement à charge nulle; cet allongement qui est d'environ 25 % correspond à la contraction que la fibre a subie et qu'on récupère au début de la traction. Elles présentent ensuite une courbure dont la concavité est tournée vers l'axe des charges et dont le rayon est d'autant plus grand que la vitesse de traction est plus petite; puis le module élastique devient constant jusqu'à la rupture (fig. 44).



Fig. 44. — Courbes de tration de l'alcali-cellulose I (l = 1 et 10 mm.)

- 109 ---

Si l'on soumet la fibre à des efforts croissants avec retour à la charge nulle, les déformations ne s'annulent pas instantanément; elle reprend sa longueur initiale un certain temps après la suppression de la charge. L'hystérésis croît lorsque la vitesse de traction diminue, le retour étant d'autant plus lent que celle-ci est plus faible. Pour une vitesse égale à 2 mm/min. la déformation peut être considérée comme élastique, mais pour une vitesse 100 fois plus petite la déformation prend un caractère permanent (fig. 45).



Fig. 45. — Traction cylindrique de l'alcali-cellulose I (l = 10 mm, v = 2 mm./min.)

- 110 -

#### Aspect des cassures.

Les cassures des fibres étirées sur la longueur 10 mm présentent un aspect effilé (fig. 46, pl. VI), celles des fibres étirées sur 1 mm sont limitées par des plans perpendiculaires à l'axe de fibre.

#### Constantes mécaniques.

Les résistances et les allongements relatifs à la rupture sont donnés dans le tableau suivant dans lequel figurent aussi les constantes de la fibre purifiée qui a servi à la préparation et celles de cette même fibre gonflée dans la formamide.

Les allongements donnés ne comprennent pas la fraction correspondant à la contraction de la fibre (25 %).

Vitesse de traction : 2 mm/min..

	l = 1  mm		1 = 10  mm	
	R kg/mm2	A %	R kg/mm2	A %
Fibre purifiée (nº 5) : Alcali-cellulose I :	$100 \pm 12 \\ 160 \pm 20$	57 15-20	$rac{140}{50} \pm 12$	3,5 7-8
gonflée (formamide):	140 ± 18	<b>15 2</b> 0	$100 \pm 18$	15-20

Les résultats obtenus montrent que :

1°) La résistance varie avec la longueur de l'éprouvette de traction. Elle décroît de 160 kg/mm<sup>2</sup> pour l = 1 mm. à 50 kg/mm<sup>2</sup> pour l = 10 mm.

, 2°) L'allongement total de la fibre atteint 40 à 45 % pour l = 1 mm., mais si nous ne tenons pas

compte de la contraction, il est de l'ordre de grandeur de ce'ui de la fibre naturelle.

3°) Dans le cas où la fibre est étirée sur une longueur d'un mm. environ, ses constantes sont celles dela fibre naturelle gonflée dans la formamide.

 $4^{\circ}$ ) Pour la vitesse de traction adoptée (v = 2 mm. min.) la déformation de l'alcali-cellulose l est élastique.

## CONCLUSION

Les constantes mécaniques de la fibre transformée en « alcali-cellulose l » sont très approchées de celles de la fibre naturelle qui a subi un gonflement ne modifiant pas le réseau cristallin de la cellulose. Mais contrairement à ce que nous avions observé dans ce dernier cas, la résistance dépend de la longueur du segment de fibre soumis à la traction. Il semble que la fibre présente deux modes de rupture différents comme l'indique d'ailleurs la forme différente des cassures.

Sa déformation présente en outre un caractère élastique parce que les forces de gonflement qui tendent à la contracter annulent l'allongement qu'elle prend sous l'effort de traction.

Cependant, cette caractéristique est très influencée par la vitesse de traction car nous avons observé que la fibre tend à se déformer d'une manière permanente lorsque ce facteur diminue. Nous pensons que cette étude doit être complétée et en particulier qu'il faudrait adopter des vitesses de traction plus lentes.

## **FIBRE MERCERISÉE**

## 1° - Influence du degré de pureté

Nous avons effectué les essais de traction sur des fibres préparées à partir des échantillons prélevés au cours de la purification. Les fibres mercerisées que nous désignons par les numéros 1, 2.... 6, correspondent aux traitements de purification I, II.... VI.

Nous avons opéré dans les conditions suivantes :

- --- Dimensions des fibres essayées : Longueur : 4 à 7 cm. Largeur : 8 à 20 microns.
- --- Contraction provoquée par la mercerisation : 20 %.
- -- Eau d'humidité des fibres : 9 %. ,
- -- Longueur des éprouvettes : l = 1 et 10 mm.

--- Vitesse de traction : 2 mm/min.

Les résistances et les allongements relatifs évalués d'après 25 essais de rupture sont donnés dans le tableau ci-dessous.

Echantillon	R kg	/mm2	A %		
mercerisé Nº	l = 1 mm	1 = 10  mm	l = 1 mm	1 = 10  mm	
1	$107\pm13$	33 🕂 4	27 et 70	5 13	
2	71 🕂 9	26 🛨 3	25 et 45	6 - 11	
3	$106 \pm 13$	28 <u>+</u> 3	25 et 30	3 9	
4	80 <u>+</u> 10	$31 \pm 4$	30 et 70	11 13	
5	$105 \pm 13$	$39 \pm 5$	40 et 70	11 - 14	
_ , 6	76 10	43 <u>+</u> 5	35 et 80	10 15	

-- 113 ---

Nous avons obtenu les résultats suivants :

**Résistance à la rupture.** — Elle subit des variations mais qui ne sont pas liées à celles que nous avons observées dans le cas de la purification de la fibre naturelle (voir Tableau p. 99).

En particulier les valeurs obtenues pour la fibre N° 5 préparée à partir de fibres purifiées au maximum sont:

> R kg/mm<sup>2</sup> :  $105 \pm 12$  pour I = 1 mm. R kg/mm<sup>2</sup> :  $39 \pm 5$  pour I = 10 mm.

Allongement à la rupture. — Dans le cas où la fibre est étirée sur une longueur d'un mm., les diagrammes de fréquences donnent deux valeurs très différentes de l'allongement. Nous avons remarqué que l'allongement le plus faible est généralement obtenu avec des fibres dont le diamètre médian est inférieur à 12-13 microns.

Les courbes de la fig. 47 donnent les allongements en fonction du degré de purification mesurés sur des fibres de diamètre supérieur à 14 microns. Elles montrent que l'allongement passe par un minimum pour un degré de pureté intermédiaire (fibre n° 3).

Les allongements de la fibre purifiée au maximum . sont :

> A % : 70 pour l = 1 mm., A % : 14 pour l = 10 mm.

Si nous déduisons de ces chiffres l'allongement correspondant à la contraction (20 %), nous obtenons :

A % : 50 pour I = 1 mm.,
tandis que si la traction est efféctuée sur 10 mm.<sup>4</sup>l'allongement récupéré est inférieur à la contraction de la fibre.



**Fig. 47.** — Variations de l'allongement à la rupture de la fibre mercenisée en fonction du degré de purification.

## Conclusions.

1") Les constantes mécaniques de la fibre mercerisée sont influencées par le degré de pureté initial de la fibre. - 115 ---

2°) Comme dans le cas de l'alcali-cellulose l, elles dépendent de la longueur de l'éprouvette de traction et augmentent lorsque celle-ci diminue.

3°) La résistance à la rupture de la fibre purifiée au maximum n'est pas affectée par la mercerisation si elle est étirée sur 1 mm, par contre ce traitement accroît notablement son allongement à la rupture.

## 2°) Influence de la longueur de l'éprouvette de traction

Les variations des constantes mécaniques en fonction de ce facteur peuvent être attribuées à une attaque de la fibre provoquée par le traitement mercerisant et les chances de rupture seraient alors d'autant plus grandes que l'éprouvette est plus longue; ou bien il s'agit d'une propriété de la fibre en relation avec sa structure.

Nous avons recherché la loi de variation des constantes mécaniques en fonction de la longueur de l'éprouvette de traction et avons effectué les essais, d'une part, sur la fibre contenant son eau d'humidité normale, d'autre part, sur la fibre gonflée dans la formamide.

La résistance et l'allongement relatif à la rupture sont mesurés sur des éprouvettes prélevées dans les fibres mercerisées n° 5, dans les conditions suivantes:

a) Fibres contenant leur « eau d'humidité » normale :

- Diamètre des fibres essayées : 15 à 20 microns.

- Contraction de la fibre : 20 .%.

- Eau d'humidité : 9 %.

--- Vitesse de traction : 2 mm./min.

--- La longueur de l'éprouvette, varie de mm. en mm. entre 1/2 et 10 mm.

b) Les essais de traction sont effectués dans les mêmes conditions sur des éprouvettes immergées dans la formamide, un quart d'heure environ après l'immersion.

Parallèlement ces essais sont effectués sur la soie viscose :

--- Diamètre du brin : 20 microns,

— Eau d'humidité : 7,5 %.

Les résistances et allongements relatifs à la rupture établis d'après 25 essais sont donnés dans les tableaux ci-dessous :

## Résistances à la rupture (kg/mm<sub>2)</sub> de la fibre mercerisée et de la viscose en fonction de la longueur de l'éprouvette

Longueur d'éprouv. en mm.	Lin mercerisé	Lin mercerisé gontlé	Viscose	Viscose gonflée
1/2 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	$ \begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$ \begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$ \begin{array}{c} 19 \\ 21 \\ 21 \\ 21 \\ 21 \\ 21 \\ 21 \\ 21 \\ 21$	$ \begin{array}{c} 12 \pm 2 \\ 11 \pm 1 \\ 10 \pm 1 \\                                  $

## Allongements relatifs à la rupture (%) de la fibre mercerisée et de la viscose en fonction de la longueur de l'éprouvette

Longueur d'éprouv. en mm.	Lin mercerisé	Lin mercerisé gonflé	Viscose	Viscose gonflée
1/2 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	$     \begin{array}{r}       110 \\       70 \\       45 \\       30 \\       \\       25 \\       \\       20 \\       \\       15 \\     \end{array} $	$   \begin{array}{r}     360 \\     150 \\     110 \\     75 \\     65 \\     55 \\     55 \\     45 \\     50 \\     \\     45 \\   \end{array} $	75 60 35 29 28 29 25 	$     \begin{array}{r}             180 \\             100 \\             55 \\             40 \\             35 \\             \overline{} \\             20 \\             20         \end{array}     $

Nous avons obtenu les résultats suivants :

1°) La courbe des résistances du lin mercerisé présente une inflexion qui correspond à une chute brusque de la résistance pour une longueur d'éprouvette comprise entre 2 et 4 mm.; l'allongement relatif à la rup' ture décroît exponentiellement jusqu'à l'intervalle considéré; à partir de 4 mm. environ les constantes mécaniques sont peu influèncées par la longueur de l'éprouvette, les courbes devenant presqu'horizontales (fig. 48).

 $2^{\circ}$ ) Les courbes relatives à la fibre gonflée dans la formamide (fig. 49) présentent des variations analogues: la résistance passe par un maximum (100 kg/mm<sup>2</sup>) dans la région de la courbe située entre les abcisses 2 et 3 mm et l'allongement décroît exponen-

-- 117 ---

-- 118 ---

tiellement de 360 % (1 = 1/2 mm.) à 55 % (1 = 4 mm.) il est ensuite peu influencé par la longueur de l'éprouvette.

3°) Les courbes d'allongement relatives à la viscose (fig. 50 et 51) présentent l'allure caractéristique de celles de la fibre de lin; l'allongement de la fibre gonflée décroît de 180 % (11=1mm.) à 40% (1=4mm); il décroît ensuite linéairement jusqu'à 20 % (1 = 10 mm.). Par contre, la résistance ne varie pas sensiblement en fonction de la longueur étirée.



Fig. 48. — Variations de la résistance et de l'allongement de l'éprouvette de traction Fibre conțenant 9 % d'eau d'huà la rupture de la fibre mercerisée en fonction de la longueur midité.



Fig. 49. — Variations de la résistance et de l'allongemen à la rupture de la fibre mercerisée en fonction de la lor gueur de l'éprouvette de traction. Fibre gonflée dans la for mamide.

-- 119 ---



Fig. 50. — Variations de la résistance et de l'allongement à la rupture de la viscose en fonction de la longueur de l'éprouvette de traction. Fibre contenant 7,5 % d'eau d'humidité.



- 121 ---

Fig. 51. — Variations de la résistance et de l'allongement à la rupture de la viscose en fonction de la longueur de l'éprouvette de traction. Fibre gonflée dans la formamide.

#### 

#### Courbes de traction.

Les courbes de traction de la fibre étirée dans les conditions normales (H. R. : 60 %, T : 20°) et sur des longueurs comprises entre 1/2 et 2 mm. sont caractérisées par trois périodes de déformation (fig. 52).





1°) Une période presque linéaire qui correspond à un allongement de 20-25 % (déformation a);

2°) Une période caractérisée par des décrochements dont l'ampleur est plus grande que pour la fibre naturelle (fig. 41). Elle correspond à 20 % d'allongement (déformation b); 3°) Une période caractérisée par une portion de courbe régulière à module élastique décroissant et dont l'allongement correspondant croît lorsque la longueur de l'éprouvette diminue.

Dans le cas où la fibre est gonflée les allongements correspondants aux déformations a et b restent inchangés tandis que l'allongement de la déformation c est très augmenté.

La courbe de la fibre étirée sur des longueurs supérieures à 2-3 mm. se réduit à la déformation a si la fibre est étirée dans les conditions normales (fig. 52) et aux déformations a et b si elle est gonflée. Ces déformations entraînent sa rupture.

La traction cyclique de la fibre dans les conditions normales et pour l = 10 mm met en évidence dans la déformation linéaire a une période élastique (A % = 2) puis l'allongement est permanent jusqu'à la rupture (fig. 53).



Fig. 53. — Traction cyclique de la fibre mercerisée (eau d'humidité : 9 %, v = 2 mm/min.).

L'examen de la fibre pendant la traction montre que les déformations a et b sont liées à des modifications dans sa structure visible.

L'allongement correspondant à la déformation a est égal à la contraction permanente qu'elle a subie lors de la mercerisation (20 %). Lorsque cet allongement est obtenu, la fibre reprend l'aspect de la fibre naturelle. Si on continue à l'étirer on observe que les couches fibrillaires de la structure primaire s'orientent dans le sens de la traction (disparition des accidents transversaux) puis des ruptures transversales analogues à celles que nous avons mis en évidence dans la fig. 20 pl. IV, apparaissent dans la structure secondaire. Ces ruptures se manifestent sur la courbe par des décrochements (déformation b).

Enfin, au cours de la déformation c, la fibre prend un aspect finement strié qui peut être 'comparé à celui que présentent les tronçons de la fibre oxydée de la fig. 30, pl. V.

#### Aspect des cassures.

Les cassures ont un aspect différent selon que la longueur de l'éprouvette est inférieure ou supérieure à 2-3 mm.

Lorsqu'elle lui est supérieure, la cassure est effilée comme celle d'une fibre étirée dans la soude à 17,5 % dans les mêmes conditions (fig. 46, pl. VI).

Lorsqu'elle lui est inférieure, la cassure est limitée par un plan perpendiculaire à l'axe de fibre et si le grossissement est suffisant (x500) la cassure apparaît frangée par de très fines fibrilles.

## Conclusion.

La fibre mercerisée subit successivement deux déformations plastiques de natures différentes : dans la première, la traction oriente la paroi primaire continue de la fibre, dans la seconde, cette paroi se déforme par glissement, l'allongement correspondant étant d'autant plus important que la fibre est étirée sur une longueur plus petite. Cette seconde déformation ne se produit que dans le cas où la longueur de l'éprouvette de traction est au plus égale à 2-3 mm.

## 3° Influence de l'élimination de l'eau d'humidité

La fibre provenant de l'échantillon mercerisé N° 5 a perdu à la dessication 9 % d'eau.

Les constantes mécaniques mesurées dans les mêmes conditions que précédemment sont respectivement pour 1 = 1 mm.

```
R kg/mm<sup>2</sup> : 68 \pm 8
A % : 45
```

La courbe de traction comprend les déformations a et b décrites précédemment et qui entraînent la rupture de la fibre.

REMARQUE. — Si l'on replace la fibre sèche dans l'atmosphère initiale dans laquelle elle avait absorbé - 126 -

9 % d'eau, on constate qu'elle n'a repris après trois semaines que 3,5 % d'eau et que ses caractéristiques demeurent inchangées.

#### Conclusion.

La dessication de la fibre empêche sa déformation par glissement (déformation c) ce qui a pour effet de diminuer sa résistance et son allongement à la rupture.

### CONCLUSIONS

1°) La mercerisation accroît la plasticité de la fibre purifiée. Cet accroissement de plasticité correspond à une déformation par glissement de la paroi primaire dont la cohésion transversale a diminué sous l'action du traitement mercerisant. Toutefois, il ne se manifeste que lorsque la fibre contient un certain taux d'humidité (9 % dans le cas étudié) et que la traction est exercée sur un segment de fibre de longueur au p'us égale à 2+3 mm. Ce résultat indiquerait donc que la longueur maximum des fibrilles ou des agrégats de fibrilles constituant les éléments de structure de la paroi primaire est à l'échelle du millimètre.

2°) La structure d'un fil de cellulose régénérée d'une combinaison soluble de cette substance est analogue à celle de la paroi primaire d'une fibre naturelle. En effet, d'une part, nous avons observé que le fil de viscose est formé d'un assemblage de longues fibrilles (fig. 54, pl. VI) et d'autre part, la courbe des allongements relatifs en fonction des longueurs étirées nous a montré que la plasticité de la fibre croît brusquement lorsque la longueur de l'éprouvette de traction

est environ 2-3 mm.

Ces résultats tendraient à prouver qu'il existe une particule de cellulose ou micelle dont la structure et les dimensions ne sont pas modifiées par la mise en solution de la cellulose. Ils viendraient donc à l'appui de l'opinion' émise par Hess et Trogus à propos de l'action du sulfure de carbone sur l'alcali-cellulose I (formation du Xanthogénate de cellulose); d'après ces auteurs, cette action se réduirait à une-modification de la surface protectrice des particules de cellulose et la solution de viscose ne serait alors qu'une dispersion de l'alcali-cellulose I (49).

3° Cette étude nous a montré que l'élément résistant de la fibre est principalement constitué par sa paroi primaire dont la structure peut être comparée à celle de l'assemblage formé par les fibres dans la tige du lin. La résistance à la rupture représente alors les forces d'adhérence entre les plans de glissement de fibrilles ou d'agrégats fibrillaires. E'le est très inférieure à celle de la résistance théorique de la cellulose calculée par Meyer et Mark puis par Boer puisque ces auteurs ont trouvé respectivement : 800 kg/mm<sup>2</sup> et 2,000 kg/mm<sup>2</sup> (47) (50).

### **CONCLUSIONS GÉNÉRALES**

Nous nous étions proposé dans ce travail, premièrement d'analyser les caractères structurels de la fibre de lin afin d'en reconstituer le schéma de structure visible, deuxièmement de comparer les propriétés mécaniques de cette fibre considérée successivement à l'état naturel, à l'état purifié et à l'état mercerisé, en nous attachant à rechercher les modifications structure!les qui sont liées à sa déformation.

Avant d'aborder l'étude de la fibre, nous avons fait un examen micrographique de l'assemblage formé par les fibres dans la tige du lin et essayé de préciser les transformations qu'il subit sous l'action du rouissage. Nous avons ainsi pu observer que l'assemblage fibreux qui était primitivement un agrégat de faisceaux de fibres est transformé par le rouissage en un agrégat de fibres uniques dispersées dans un constituant noncellulosique : l'acide pectique, cet acide provenant de l'hydrolyse du constituant primaire : la pectose.

L'application de ces résultats à l'étude d'un « rouissage chimique » nous a permis de préparer des filasses de lin présentant au point de vue structure et répartition du constituant pectique, les caractéristiques des filasses rouies par fermentation.

L'analyse des caractères structurels de la fibre nous a montré que la structure de la paroi cellulosique est hétérogène. En effet, les deux membranes complexes constitutives de cette paroi se différencient ainsi :

a) la paroi primaire (ou paroi externe) est un assemblage cohérent formé de longues fibrilles dont l'ar-

- 128 ----

rangement réalise une structure continue et cet arrangement peut être comparé à celui des fibres dans l'écorce de la tige du lin.

b) la paroi secondaire (ou paroi interne) est constituée par des segments de longueur égale à 100 microns environ, enchaînés bout à bout et enveloppés de membranes qui coupent transversalement cette paroi. Ces membranes semblent bien jouer un rôle dans le mécanisme de la déformation de la fibre sous l'action des agents de gonflement et seraient responsables de la contraction importante qu'elle subit lorsqu'elle est soumise à cette action.

L'étude des propriétés mécaniques de la fibre a été limitée à celle des facteurs nous paraissant jouer un rôle prépondérant dans la recherche de ces propriétés, c'est-à-dire le degré de purification de la fibre et la longueur du segment de fibre soumis à la traction.

Elle nous a montré que la plasticité relativement faible de la fibre naturelle correspond à une déformation d'ensemble des parois cellulosiques que la traction oriente dans la direction de l'axe de fibre.

La purification ne modifie pas la structure du systême cellulosique de la fibre et il nous a été possible d'extraire une fraction de constituants non-cellulosiques représentée par 37,5 % du poids de la fibre sans que ses caractéristiques mécaniques en soient sensiblement changées. Cependant, les propriétés mécaniques de la fibre subissent des variations au cours de la purification et l'on peut néanmoins dire qu'elles dépendent de son degré de pureté. - 130 -

Par contre, la mercerisation accroît considérablement la plasticité de la fibre; cet accroissement de plasticité est le résultat d'un glissement interne localisé dans la paroi primaire dont la cohésion a diminué sous l'action du traitement mercerisant. Il se manifeste lorsque la traction est exercée sur un segment de fibre de longueur inférieure à 3 mm. environ. Ce comportement de la fibre peut être expliqué si l'on admet que la longueur des agrégats de fibrilles est à l'échelle du millimètre.

Cette propriété de la fibre mercerisée se retrouve chez la viscose filée dont la structure est apparentée à celle de la paroi primaire des fibres naturelles; en effet, la structure d'un fil de viscose est fibri!laire et la courbe de ses allongements en fonction de la longueur étirée laisse supposer que la longueur maximum de ses fibrilles est de l'ordre de grandeur de celle que nous avons apprécié pour la fibre de lin.

Il ressort donc que les dimensions des micelles cellulosiques ne seraient pas modifiées par la régénération de la cellulose de ses combinaisons solubles.

· Enfin, comme l'examen de la structure de la fibre nous le laissait prévoir, l'étude de sa déformation sous l'effort de traction nous a montré que l'élément résistant de la fibre est constitué principalement par sa paroi primaire et que sa résistance mécanique élevée doit être attribuée aux forces d'adhérence entre les agrégats fibrillaires constitutifs de cette paroi.

## BIBLIOGRAPHIE

- 1) EYRE ET NODDER. J. Text. Inst., 1924, 15, p. 237.
- 2) EHRLICH ET SCHUBERT. Biochem. Z., 1926, 169, p. 13.
- LAZARKEWITCH. Le Lin. Gauthier et Villars, Paris, 1925.
- V. BOSSUYT ET J. GADENNE. 14<sup>r</sup> Congrès de Chimie Industrielle. Lille 1934, p. 858.
- 5) V. Bossuyt et G. Chaudron. Brevet nº 687469.
- REIMERS. Mitt. Deut. Forsch. Inst. f. Text. Karlsruhe, 1922, p. 109.
- 7) HERZOG ET JANCKE. Z. Phys. Chem., 1928, 139, p. 235.
- 8) A. HERZOG. Die Unterscheidung der Flachs und Hanf Faser. Berlin; 1926.
- 9) NODDER. J. Text. Inst., 1922, 13, p. T161.
- HALLER. Zur Untersuchung der Fasern von Flachs und Hanf. Dt. Faserst spinnofl. München, 1919. N. B. 1926.
- 11) SEARLE J. Text. Inst., 1924, 15, p. T 371.
- 12) HALLER. Helv. Chem. Acta., 1933, 16, u. 383.
- 13) WIESNER. Die Elementarstruktur. Wien, 1892.
- 14) HESS ET SCHULTZE. Ann. Chem., 1927, 456, p. 55.
- 15) RITTER. Paper Trade J., 1935, 101, p. 92.

- 16) FARR. -- Contributions from Boyce Thomson Inst., 1934, 6 (3), p. 309.
- 17) LUDTKE. Liebig's Ann., 1928, 466, р. 27; Biochem.
   Z., 1931, 233, р. І.
- HESS, TROGUS, LUJBISCH ET AKIM. -- Cellulosechem., 1930, 51, р. 89.
- FREY-WISSLING. Papier Fabrikant, H. 24/25, p. 212, 1938.
- 20) BAILEY. Ind. Eng. Chem., 1938, 30, p. 40.
- 21) R. MICHEL-JAFFARD. Chim. et Ind., 1936, 36, p. 879.
- 22) SAKOSCHIKOFF. Helv. Chem. Acta, 1936, 19, p. 973.
- 23) V. Bossuyr. Bull. Soc. Chim., 1932, 51, p. 49.
- 24) V. Bossuyt et G. Chaudron. C. R., 1932, 193, p. 1050.
- 25) V. Bossuyr. Bull. Soc. Chim., 1939, 6, p. 779.
- 26) K. KELANEY ET SEARLE. Proc. Roy. Soc., 1930, 106, p. 357.
- 27) HESS, TROGUS, AKIM ET SAKURADA. Ber., 1931, 64, p. 408.
- 28) V. Bossuyr. Bull. Soc. Chim., 1936, 3, p. 1975.
- 29) MANN. J. Text. Inst., 1927, 18, p. T 253.
- BROWN, MANN ET PIERCE. J. Text. Inst., 1930. 21, p. T 186.
- 31) PIERCE. J. Text. Inst., 1927, 18, p. T 475.
- 32) NAVKAL ET SEN. J. Text. Inst., 1930, 21, p. 267.
- 33) MARK. Physik und Chemie der cellulose, Springer. Berlin, 1932, p. 8.
- 34) KRAIS. J. Text. Inst., 1928, 19, p. 38.
- 35) BARRATH. J. Text. Inst, 1922, 13, p. 22.

## - 133 ---

- 36) SMITH. J. Text. Inst., 1931, 22, p. T 158.
- 37) SLATTERY. J. Text. Inst., 1938, 29, p. T1.
- 38) KARGER ET SCHMIDT. Z. Techn. Physik, 1925, 6, p. 124.
- 39) CHEVENARD. C. R., 1936, 203, p. 841.
- CHAPLET. Blanchiment. Gauthier et Villars. Paris, 1926.
- 41) Ind. Eng. Chem., Chem. Anal. Ed., 1929, 1, p. 54.
- 42) WIEVEG. Ber., 1924, 57, p. 1917.
- 43) CHAMPETIER. C. R., 1931, 192, p. 1593.
- 44) HESS ET TROCUS. Z. Phys. Chem., 1930, 11, p. 381.
- 45) NODDER. J. Text. Inst., 1928, 19, p. 38.
- 46) CHAMPETIER. Ann. Chim., 1933, 20, p. 5.
- MEYER ET MARK. Der Aufbau der hochpolymeren organischen Naturstoffe. Leipzig, 1930, p. 152.
- Traité de chimie organique. Masson et Cie, Paris 1938, p. 740.
- 49) HESS ET TROCUS. Z. Phys. Chem., 1931, 15, p. 157. Cellulosechem., 1932, 13, p. 84.
- 50) DE BOER. Tr. Far. Soc., 1936, 32, p. 10.

# TABLE DES MATIÈRES

\_\_\_\_

E	ages
Introduction	9
PREMIÈRE PARTIE	
Structure de la Fibre de Lin	15
Chapitre Premier	
Recherches sur la Structure de l'Assemblage	
fibreux	21
Chapitre 11	
Recherches sur la Structure de la Fibre élémen-	
taire	35
DEUXIÈME PARTIE	
Propriétés Mécaniques	71
Chapitre Premier	
Mesure des Constantes Mécaniques de la Fibre	
naturelle	,77
Chapitre 11	
Purification de la Fibre et Influence de ce Trai-	
tement sur ses Constantes Mécaniques	93
Chapitre III	
Transformation des Propriétés Mécaniques de la	
Fibre par la Mercerisation	103
Conclusions Générales	128
Bibliographie	131

## SECONDE THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

VISCOSITÉ DES SOLUTIONS CELLULOSIQUES (\*)

VU ET PERMIS D'IMPRIMER :

Lille, le 25 Avril 1941.

Le Recteur de l'Académie de Lille, P. DUEZ.

**V**U et approuvé :

Lille, le 23 Avril 1941.

Le Doyen, A. MAIGE.

(\*) Viscosité des solutions cellulosiques.