



HAL
open science

Extraction de fibres de lin oléagineux pour des applications textiles techniques: influence des paramètres de pré-traitement sur le rendement en fibres, la répartition granulométrique et les propriétés mécaniques

Marie Grégoire, Pierre Ouagne, Benjamin Barthod-Malat, Philippe Evon,
Laurent Labonne, Vincent Placet

► To cite this version:

Marie Grégoire, Pierre Ouagne, Benjamin Barthod-Malat, Philippe Evon, Laurent Labonne, et al.. Extraction de fibres de lin oléagineux pour des applications textiles techniques: influence des paramètres de pré-traitement sur le rendement en fibres, la répartition granulométrique et les propriétés mécaniques. *Revue des composites et des matériaux avancés = Journal of Composite and Advanced Materials*, 2019, 29 (5), pp.293-298. 10.18280/rcma.290503 . hal-02618512

HAL Id: hal-02618512

<https://hal.inrae.fr/hal-02618512v1>

Submitted on 6 Jun 2023

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

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

Extraction of Linseed Flax Fibres for Technical Textiles: Influence of Pre-treatment Parameters on the Fibre Yield, the Mechanical Properties and the Mechanical Properties

Extraction de Fibres de Lin Oléagineux pour des Applications Textiles Techniques : Influence des Paramètres de Pré-traitement sur le Rendement en Fibres, la Répartition Granulométrique et les Propriétés Mécaniques

Marie Grégoire¹, Pierre Ouagne^{1*}, Benjamin Barthod-Malat^{1,2}, Philippe Evon², Laurent Labonne², Vincent Placet³

¹ Laboratoire Génie de Production (LGP), ENIT, 47 Avenue d'Azereix, 65016 Tarbes Cedex, France

² Laboratoire de Chimie Agro-industrielle (LCA), Université de Toulouse, INRA, Toulouse INP, 31030 Toulouse Cedex 4, France

³ Université de Bourgogne Franche Comté, FEMTO-ST, CNRS / UFC / ENSMM / UTBM, 25000 Besançon, France

Corresponding Author Email: pierre.ouagne@enit.fr

<https://doi.org/10.18280/rcma.290503>

Received: 10 March 2018

Accepted: 19 December 2018

Keywords:

extraction yield, fiber extraction, mechanical properties, oleaginous flax, size distribution

Mots-clés :

extraction de fibres, lin oléagineux, propriétés mécaniques, rendements d'extraction, répartition granulométrique

ABSTRACT:

Cultivated primarily for its seeds, oleaginous flax could also be valued for the different fractions that can be extracted from the straw. However, as the straws are not harvested with the same technique and care than for the textile flax, the classical scutching technique cannot be used. As a consequence, an "all fibre" device was used to perform the separation of the different constituents of the oleaginous flax straws. The different fractions were quantified for two retting levels and for two degrees of rewetting of the stems. The physical and mechanical properties of fibres were then evaluated. It appears that the relative amount of fibres extracted from oleaginous flax straws is comparable to the one from textile flax (i.e. 40 % of the stem dry mass) and their tensile properties are situated in the lower part of the textile flax range. This work shows that the individual fibre length of oleaginous flax (is comparable to that of the scutched textile flax fibres. This makes them suitable for the production of carded aligned fibre yarns for technical reinforcement textiles (e.g. composites or geotextiles). These results demonstrate the interest and the potential added value of harvesting the stems for technical fibre applications.

RÉSUMÉ :

Cultivé principalement pour ses graines, le lin oléagineux pourrait être valorisé pour les fractions végétales qui peuvent être extraites de la paille. Les pailles, n'étant pas récoltées avec la même technique et le même soin que pour le lin textile, la technique classique de teillage ne peut pas être utilisée. Par conséquent, un dispositif "toutes fibres" a été utilisé pour effectuer la séparation des constituants des pailles de lin oléagineux. Les différentes fractions ont été quantifiées pour deux niveaux de rouissage et pour deux degrés de ré-humidification des tiges. Les propriétés physiques et mécaniques des fibres ont ensuite été évaluées. Il apparaît que la quantité relative de fibres extraites des pailles de lin oléagineux est comparable à celle du lin textile et que leurs propriétés en traction se situent dans la partie inférieure de la gamme du lin textile. Ce travail montre que la longueur individuelle des fibres de lin oléagineux est comparable à celle des fibres de lin textile teillé. Elles sont donc adaptées à la production de fils de fibres alignées cardés pour les textiles techniques de renforcement. Ces résultats démontrent l'intérêt et la valeur ajoutée potentielle de la récolte des tiges pour des applications techniques des fibres.

1. INTRODUCTION

Le lin oléagineux est principalement cultivé pour ses graines qui contiennent jusqu'à 45% d'huile végétale. L'huile de lin oléagineux est utilisée dans de nombreux secteurs industriels. Tout d'abord, les principaux acides gras de l'huile de lin oléagineux sont l'acide α -linoléique (C18 : 3 ω -3) (56 %), l'acide linoléique (C18 : 2 n-6) (16 %) et l'acide oléique (C18 : 1 n-9) (18 %). Il s'agit donc d'une importante source d'acides gras oméga-3 et oméga-6 qui sont fortement recommandés pour la consommation humaine. D'autre part, grâce à ses qualités nourrissantes, l'huile de lin oléagineux est

également utilisée pour la formulation de nombreux produits cosmétiques. Pour finir, l'huile de lin oléagineux est une huile siccatrice qui durcit spontanément à l'air. Elle est donc utilisée en tant que siccatif pour les encres végétales ainsi que pour la formulation des peintures à l'huile, les nettoyants pour planchers et les produits de préservation du bois.

Les anas, la partie ligneuse des tiges de lin, peuvent être extraits. Ils sont principalement utilisés en tant que litières animales à cause de leur haute capacité d'absorption de l'eau. Cependant, il est raisonnable de supposer que les anas de lin peuvent également être utilisés en tant que charges renforcées pour la production de composites bois-polymère extrudables

et/ou moulables par injection [1], pour la fabrication d'isolants thermiques renouvelables ou de panneaux de fibres à haute densité par pressage à chaud [2-3], pour la production de blocs d'isolation thermique par moulage par compression [4] ou en tant que bio-agrégats à mélanger avec des liants minéraux pour la conception d'agrobétons [5]. D'autre part, les poussières végétales, une autre partie des tiges de lin, peuvent également être potentiellement utilisées pour le renforcement mécanique des polymères thermoplastiques dans l'industrie plastique.

La dernière fraction végétale intéressante dans les tiges de lin oléagineux concerne les fibres. Dans une étude publiée en 2011 par l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie [6], il apparaît que 11 000 ha de lin oléagineux sont cultivés en France chaque année. Il s'agit d'une petite fraction de la production mondiale qui a été identifiée en 2009 comme étant d'environ 1,7 Mha dont 650 000 ha pour le Canada qui est le principal producteur. La quantité de paille est généralement considérée comme étant d'environ 2 tonnes/ha pour le lin oléagineux. Cependant, il faut rappeler que les tiges de lin sont stoppées dans leur croissance afin d'éviter leur verse dans le champ, ce qui serait un problème lors de la récolte des graines. Dans leur étude rapportant l'influence du génotype de 11 variétés, [7] ont montré que jusqu'à 5,5 t/ha de paille peuvent être récoltées sans compromettre la quantité de graines. Si les graines de lin oléagineux sont bien valorisées, le reste de la plante et en particulier la paille n'est pas du tout utilisé. Il est déchiqueté en même que les graines sont récoltées. Cela explique principalement pourquoi les textiles techniques à base de lin oléagineux ne sont pas disponibles sur le marché même si les propriétés mécaniques des fibres individuelles de lin oléagineux reportées dans quelques études [7-8] montrent qu'elles sont situées dans la gamme basse des propriétés mécaniques des fibres de lin textile. Pillin et al. [9] ont montré que les fibres individuelles de lin oléagineux extraites manuellement avec soin présentent des propriétés en traction qui sont situées dans la gamme des propriétés mesurées pour des fibres de lin textile également extraites manuellement, ces dernières étant couramment utilisées pour la production de renforts textiles pour des applications composites structuraux ou semi-structuraux. Cependant, cette dernière affirmation pourrait ne plus être vraie en considérant les propriétés des fibres après la phase d'extraction des fibres des tiges.

La récolte du lin oléagineux ne permet pas à la paille d'être traitée avec les mêmes techniques que celles utilisées pour le lin textile. Les pailles sont fauchées et directement absorbées par la moissonneuse-batteuse qui sépare les graines des pailles avec ses batteuses intégrées. Les pailles sont donc soumises à des sollicitations mécaniques pendant la phase de battage. A la fin de cette dernière, les pailles tombent de façon régulière de la moissonneuse-batteuse et forment un andain de tiges orientées aléatoirement. Les pailles peuvent ensuite être laissées dans le champ afin qu'un rouissage réalisé par les micro-organismes du sol puisse être mis en place. Cette étape de prétraitement, qui est bien connue et documentée pour le lin textile, ne peut pas être réalisée pour le lin oléagineux en suivant le même protocole puisque les pailles ne sont pas alignées ni bien distribuées sur le sol. Pendant le rouissage, le contact avec le sol et donc les micro-organismes n'est pas le même pour toutes les pailles. Même s'il pourrait être possible de retourner l'andain pendant la période de rouissage, l'homogénéité du rouissage pourrait être remise en question. De plus, puisque les fibres ne sont pas alignées dans l'andain, les tiges de lin oléagineux sont conditionnées avec des orientations aléatoires en de larges balles d'environ 200 kg, et

les tiges ne peuvent pas être alignées comme c'est nécessaire pour le teillage et le peignage, employés habituellement pour séparer les différentes fractions végétales de la plante pour le lin textile. Par conséquent, un dispositif «toutes fibres» doit être utilisé. Différents dispositifs, inspirés de l'industrie papetière, sont généralement utilisés. Cependant, ces dispositifs sont souvent très agressifs pour les fibres et ils peuvent mener à l'apparition de défauts tels que des dislocations dans les fibres comme c'est le cas durant l'extraction des fibres de chanvre [10].

Le but de ce travail est d'étudier l'impact de deux paramètres de prétraitement (le degré de rouissage et le taux d'humidité des tiges à l'entrée de la machine d'extraction des fibres) sur le rendement en fibres extraites de la paille de lin oléagineux soumise à une récolte et à une extraction mécanisées ainsi que sur les longueurs et les propriétés en traction de ces fibres.

2. MATERIELS ET METHODES

2.1 Matériels

Tous les essais sont menés en utilisant deux lots différents de tiges de lin oléagineux (*Linum usitatissimum L.*) de variété Everest, cultivés dans le Sud-Ouest de la France et fournis par Ovalie Innovation (Auch, France). Le premier lot consiste en des pailles collectées et mises sous forme de balles de 200 kg immédiatement après la récolte des graines, c'est-à-dire au début du mois de juillet, ce qui correspond au lot non roui (NR). Le second lot (R) consiste en des pailles rouies pendant 3 semaines après la récolte des graines. Les deux lots viennent du même champ.

De plus, les deux lots décrits précédemment sont ré-humidifiés par aspersion d'eau liquide avant l'extraction des fibres. Un troisième et un quatrième lot sont alors créés. Il s'agit du lot non roui et humide (NRH) et du lot roui et humide (RH).

2.2 Méthodes analytiques

Puisque le comportement mécanique des fibres lignocellulosiques et de leurs composites associés change en fonction de la teneur en humidité [11-12], il est important de déterminer le niveau d'eau absorbée en entrée du dispositif d'extraction des fibres pour tous les lots considérés. Il est ainsi possible de déterminer si l'humidité a une influence sur les propriétés physiques et mécaniques étudiées ici. Les teneurs en humidité sont déterminées selon la norme ISO 665 : 2000 [13].

2.3 Le dispositif d'extraction de fibres

Un équipement d'extraction «toutes fibres» Laroche Cadette 1000 (France), situé sur la plateforme AGROMAT (Tarbes, France), la halle de transfert technologique du Laboratoire de Chimie Agro-industrielle, est utilisé pour séparer les différentes fractions végétales pour tous les lots de pailles de lin oléagineux étudiés dans cette étude. Un schéma du dispositif est présenté sur la Figure 1.

Avec une largeur de 1 m, cette machine de déchiquetage a la capacité de réaliser à la fois le défibrage et le nettoyage des fibres naturelles, ainsi que la réalisation de mats. Elle est équipée de 3 modules. A l'entrée de chacun d'entre eux,

l'alimentation en matière brute est assurée par une paire de rouleaux en caoutchouc, l'un lisse et l'autre rainuré. Ensuite, chaque module dispose d'un cylindre équipé de pointes, le cylindre d'extraction (ou rouleau d'extraction de fibres). Sa vitesse de rotation est ajustable (de 750 à 1800 rpm). Sous le cylindre d'extraction, une trappe permet d'évacuer les anas de lin par gravité.

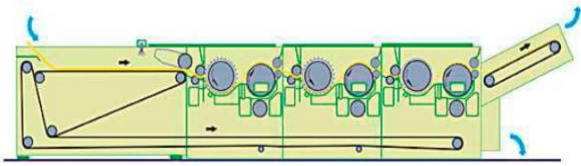


Figure 1. Dispositif Laroche Cadette 1000 d'extraction des fibres (à partir du site de l'entreprise Laroche)

À la fin de chaque module, il y a également un cylindre perforé où la ventilation est appliquée. Le cylindre perforé a trois fonctions : extraire la poussière végétale du matériau, former le mat et le transférer vers le module suivant ou à la sortie. Chaque ventilateur de dépoussiérage est équipé d'un moteur ayant une vitesse de rotation maximale de 2865 rpm.

Pendant les expériences, les débits d'entrée en paille de lin oléagineux sont approximativement de 175 kg/h, ce qui correspond à une vitesse d'avancement de 3,5 m/min. La vitesse de transmission du mat du module 1 au module 2 était de 2,2 m/min et elle était de 1,5 m/min du module 2 au module 3. Pour finir, la vitesse du tapis de sortie était de 1,8 m/min. La vitesse de rotation des rouleaux d'extraction était de 725 rpm pour chacun des 3 modules. La vitesse de rotation des moteurs des ventilateurs de dépoussiérage était de 1500 rpm pour le module 1 et de 2000 rpm pour les deux modules suivants.

2.4 Les fractions végétales

Tous les essais sont menés sur les lots non rouis (NR) et rouis (R). Pour ces lots, deux expériences sont réalisées, une sans ré-humidification (RS et NRS) et une autre avec ré-humidification avec de l'eau liquide (RH et NRH). Chaque prélèvement a été effectué pendant 10 min. Ensuite, les trois fractions obtenues (mat, anas et poussières collectées dans les trois modules et mélangées en une seule fraction de poussières) sont pesées. Le bilan de matière peut ensuite être déterminé pour chaque échantillon. Le mat est principalement constitué de fibres mais aussi d'anas de lin piégés dans le mat. Pour chaque mat, un échantillon de 20 g a été prélevé pour déterminer le taux d'anas dans le mat et ainsi le taux réel de fibres. Un tamisage manuel de 2 min a été réalisé sur le mat afin de faire tomber les anas de lin. Ensuite, les anas résiduels, toujours piégés dans le mat, sont collectés manuellement. La figure 2 montre des photographies des trois fractions végétales obtenues.



Figure 2. Différentes vues de fractions végétales obtenues après les étapes d'extraction de fibres

2.5 Longueurs de fibres techniques

Une poignée de faisceaux de fibres a été extraite des différents mats desquels les anas résiduels avaient été enlevés et 500 faisceaux ont été prélevés. Chaque faisceau a été mesuré en longueur. Pour cela, une extrémité du faisceau était maintenue pendant que l'autre était tirée de manière à déployer le faisceau de fibres. La longueur a été mesurée entre ces deux extrémités. La moyenne arithmétique de la longueur a ensuite été calculée ainsi que l'écart type correspondant.

2.6 Tests de traction sur fibres élémentaires

Pour chaque lot, entre 24 et 30 fibres élémentaires sont extraites manuellement des faisceaux. Dans le but de faciliter l'extraction des fibres élémentaires, les faisceaux sont plongés pendant 20 min dans de l'eau chaude. Selon Charlet [14], ce prétraitement n'a pas d'influence sur les propriétés en traction (contrainte en traction et module d'Young) des fibres de lin. Les fibres élémentaires sont collées sur des cadres en papier ayant une longueur de jauge de 10 mm à cause de la faible longueur des fibres élémentaires (entre 10 et 50 mm). À la suite de cette étape, les fibres sont stockées. Elles échangent de l'humidité avec l'air ambiant et ainsi séchent jusqu'à atteindre un taux d'humidité correspondant à leur équilibre avec l'atmosphère environnante ($T = 21\text{ °C}$, $RH = 65\%$). Avant les tests en traction, le diamètre apparent moyen de chaque fibre a été déterminé. Il s'agit d'une valeur moyenne de 5 mesures réalisées le long de la fibre élémentaire en utilisant un microscope optique (Olympus PMG3-F3, France). Pour calculer les contraintes en traction et les modules d'Young, les aires transversales ont été déterminées pour ces diamètres apparents moyens en considérant que les fibres sont parfaitement cylindriques. Ces cadres papier sont montés dans les mors d'une machine de traction Bose (USA) Electroforce 3230 équipée d'une cellule de force de 22 N. Les propriétés en traction ont ensuite été déterminées selon la norme appropriée [15].

3. RESULTATS

3.1 Analyse des fractions végétales

Comme expliqué dans les sections 2.3 et 2.4, le dispositif d'extraction de fibres Laroche Cadette 1000 offre la possibilité de séparer (tout du moins en partie) les différentes fractions de plantes fibreuses telles que les tiges de lin oléagineux. Les poussières végétales et les anas sont envoyés vers des sacs de récupération via les systèmes pneumatiques et le mat de fibres va vers le tapis de sortie du dispositif. Les quantités des trois fractions végétales extraites sont présentées après un cycle d'extraction à travers les trois modules du dispositif dans le Tableau 1. Les résultats expérimentaux donnés correspondent aux différentes matières collectées à la sortie de la machine d'extraction pour 100 kg de paille sèche de lin oléagineux en entrée. La quantité d'humidité est pour cela soustraite des masses des différents constituants. Les taux d'humidité des quatre lots considérés (RS, NRS, RH et NRH) sont respectivement de 8,7 %, 9,1 %, 16 % et 18,1 %.

Les résultats présentés dans le Tableau 1 montrent que les quantités d'anas extraits des lots ré-humidifiés sont plus importantes que celles des lots simplement stockés à température ambiante. L'extraction des anas est ainsi favorisée

depuis les lots ré-humidifiés. Pour les lots à humidité naturelle, l'extraction des poussières est favorisée mais pas celle des anas.

Table 1. Matières récoltées en sortie de dispositif d'extraction (masses sèches données pour 100 kg de matière sèche en entrée)

Lots	Tiges (kg)	Mat (kg)	Anas (kg)	Poussières (kg)
RH	100	54	40,8	5,2
NRH	100	56	38,3	5,7
RS	100	66,6	23,6	9,8
NRS	100	57,3	37,2	5,5

Sur les quatre lots, des quantités importantes d'anas font toujours partie du mat de fibres. Un tamisage manuel supplémentaire, suivi d'une récupération manuelle des derniers anas, ont été alors réalisés pour quantifier les quantités d'anas restantes dans le mat. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.

Table 2. Fractions massiques d'anas dans le mat après une étape d'extraction

Lots	Taux de fibres dans le mat (%)	Taux d'anas dans le mat (%)
RH	69,3	30,7
NRH	72,1	27,9
RS	56,7	43,3
NRS	68,4	31,6

Le Tableau 2 montre que pour trois des quatre lots, à savoir les lots ré-humidifiés (RH et NRH) et le lot non roui à condition de stockage ambiant (NRS), les quantités de fibres dans le mat sont d'environ 70 %. Pour le lot RS, plus d'anas sont piégés dans le mat puisque 43 % de la masse du mat est constituée d'anas. Ces résultats indiquent clairement que le mat doit être traité ultérieurement pour enlever les anas résiduels, soit en utilisant un tamisage soit en soumettant le mat à un second passage dans le dispositif d'extraction de fibres.

Après l'élimination complète des anas et autant que possible des poussières végétales, les quantités finales de fibres, d'anas et de poussières sont présentées dans le Tableau 3.

Table 3. Fractions végétales après la séparation totale des constituants (résultats donnés en pourcentages massiques)

Lots	Taux de fibres total (%)	Taux d'anas total (%)	Taux de poussières total (%)
RH	37,5	57,6	4,9
NRH	40,4	53,9	5,7
RS	37,8	52,4	9,8
NRS	39,2	55,3	5,5

Le Tableau 3 montre les quantités respectives des constituants extraits des tiges de lin oléagineux pour les quatre lots étudiés. Plus de la moitié de la masse des tiges est composée d'anas. Les valeurs sont situées dans une gamme comprises entre 52 et 58 %, en fonction du prétraitement effectué sur les tiges. On peut considérer que la dispersion des résultats peut être relativement grande puisqu'ils peuvent dépendre de la façon de sélectionner les tiges dans les balles et du pourcentage exact d'anas extraits du mat. Puisque le critère de tri est visuel, des variations peuvent survenir et quelques

petits morceaux d'anas et de la poussière peuvent rester dans le mat, et ce même si c'est en faible proportion.

La proportion de fibres extraites de la tige est située entre 38 et 40 %. L'influence du rouissage et de l'humidité n'a pas d'influence particulière sur le rendement en fibres de lin oléagineux. Cela suggère donc que les prétraitements n'ont pas d'influence sur le degré d'extraction des fibres. Pour le lot RS, la quantité de poussières est plus importante que pour les autres lots. Cela peut être dû au fait que, durant l'extraction des fibres, quelques fibres et/ou anas sont coupés et transformés en toutes petites particules (poussières) alors que, pour les autres prétraitements, il reste plus de poussières à l'intérieur du mat de fibres ou autour des anas.

La proportion de fibres extraites des tiges de lin oléagineux (38-40 %) est beaucoup plus importante que celles indiquées dans les quelques études trouvées dans la littérature. Dans une étude de l'Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Énergie [6], les quantités respectives de fibres, d'anas et de poussières étaient de 25 %, 65 % et 10 %. Dans leur étude, [7] ont trouvé un rendement moyen en fibres de 23 % pour onze variétés différentes avec une valeur maximale à 29 %. Nos résultats montrent donc qu'une plus grande proportion de fibres a été extraite avec une plus faible quantité d'anas (la proportion de poussières est équivalente dans toutes les études). On pourrait dire que le mat étudié ici contient toujours quelques anas ou de la poussière. Or ce n'est pas le cas puisqu'à la fin du procédé les anas sont supprimés par tamisage et que les derniers anas restants sont enlevés manuellement avec soin avec une pince à épiler. La quantité globale de fibres extraites des tiges de lin oléagineux est comparable au pourcentage de fibres extraites du lin textile (25 % de fibres longues plus 15 % de fibres courtes (étoupes), ce qui correspond à une quantité totale de fibres de 40 %) [6].

Les résultats présentés dans cette étude indiquent qu'avec des tiges de variété Everest cultivées et récoltées par l'entreprise Ovalie Innovation pour ses graines, le pourcentage relatif de fibres pouvant être extraites du lin oléagineux est plus élevé que pour les études précédentes. Cette large proportion de fibres peut augmenter l'intérêt économique de la récolte des tiges de lin au lieu de les déchiqueter pendant la récolte des graines.

3.2 Propriétés des fibres

Les longueurs moyennes des fibres des quatre lots étudiés dans ce travail sont présentées dans le Tableau 4.

Table 4. Longueurs des faisceaux de fibres

Lots	Longueurs des faisceaux de fibres (cm)
RH	5,3 ± 2,9
NRH	5,1 ± 2,9
RS	3,9 ± 2,2
NRS	3,7 ± 1,9

Les résultats présentés dans le Tableau 4 montrent que le prétraitement de ré-humidification a pour conséquence de mieux préserver la longueur des faisceaux de fibres. Le rouissage n'a pas d'influence sur la longueur des faisceaux de fibres. Quand les fibres sont ré-humidifiées en entrée du dispositif d'extraction, leurs longueurs demeurent plus grandes (5 cm au lieu de 4 cm sans ré-humidification). Cela est dû à la diminution de la rigidité de la fibre, ce qui entraîne moins de ruptures.

Table 5. Diamètres et résistance à la traction des fibres individuelles

Lots	Diamètre (µm)	Contrainte (MPa)	Contrainte max (MPa)	Contrainte min (MPa)
RH	22,2 ± 3,7	377 ± 189	980	153
NRH	21,3 ± 3,9	371 ± 160	774	105
RS	23,7 ± 5,2	324 ± 110	578	115
NRS	20,2 ± 4,3	333 ± 108	635	167

Les résultats présentés dans le Tableau 5 montrent que les diamètres des fibres individuelles (20-23 µm) sont bien situés dans la gamme des valeurs observées dans des études précédentes pour les lins textile et oléagineux [7-8]. Les valeurs des contraintes à la rupture sont dans une gamme comprise entre 333 et 377 MPa pour les 4 lots. S'il peut être observé que les valeurs des lots ré-humidifiés sont plus importantes, elles ne sont pas différentes statistiquement (test de Student) de celles des 2 autres lots. Il est par conséquent difficile de conclure sur l'intérêt d'un prétraitement concernant les propriétés mécaniques. Les valeurs présentées dans le Tableau 5 sont comparables avec celles présentées par [7] ou par [8] (valeurs moyennes d'environ 420 MPa). Dans ces études, ils utilisent des procédés d'extraction mécaniques pour extraire les fibres des tiges après un mois de rouissage. Au contraire, [9] extraient directement et manuellement les fibres des tiges. Leurs résultats montrent des contraintes à la rupture plus élevées (863 ± 444 MPa). La dispersion des résultats observés dans cette étude est aussi importante que celle montrée dans le Tableau 5. Les résultats les plus élevés sont bien situés dans la gamme des valeurs présentées par [9] alors que les valeurs les plus faibles sont relativement basses. Cela est probablement dû au fait que les fibres qu'ils avaient utilisées n'avaient pas été soumises à une quelconque sollicitation mécanique pour les séparer des anas et des poussières. Des défauts tels que des dislocations sont probablement introduits durant l'extraction des fibres comme cela a déjà été observé pour l'extraction des fibres de chanvre avec des méthodes d'extraction agressives similaires [10]. Certaines fibres sont probablement plus affectées par le processus d'extraction que d'autres. Le coefficient de variation pour les fibres ré-humidifiées est de 0,50 pour le lot RH et de 0,43 pour le lot NRH. Ces coefficients sont plus importants que pour les deux autres lots (0,33 et 0,32 pour RS et NRS). Pour les lots RS et NRS, les coefficients de variation sont plus faibles que pour les lots ré-humidifiés. Cela peut suggérer que les défauts d'extraction apparaissent systématiquement pour les lots RS et NRS tandis que pour les lots RH et NRH de plus hautes valeurs de contraintes sont observées pour certaines fibres (980 MPa pour le lot RH), suggérant que certaines des fibres sont extraites sans créer de défauts. Dans ce cas, les valeurs des contraintes maximales en traction observées pour les lots RH et NRH sont dans la gamme des propriétés des fibres extraites manuellement [9-16] sans le moindre défaut.

La limitation des défauts par l'optimisation des paramètres d'extraction ou par l'utilisation de techniques d'extraction plus douces pourrait être étudiée dans le futur. Cependant, même si les contraintes en traction sont affectées par les procédés d'extraction, réduisant probablement les propriétés potentielles des fibres par deux, cela montre que les valeurs obtenues sont largement suffisantes pour des applications textiles techniques, pour des composites semi-structuraux ou des géotextiles.

4. CONCLUSION

L'extraction des fibres des tiges de lin oléagineux et particulièrement l'influence des prétraitements tels que le rouissage ou la ré-humidification des tiges avant l'extraction sont étudiés dans ce travail. Les résultats montrent que le rouissage considéré dans cette étude n'a globalement pas d'influence sur le rendement en fibres et les proportions d'anas extraits. D'autres études pourraient être réalisées pour confirmer ces résultats avec d'autres conditions de rouissage. La ré-humidification des tiges avant l'extraction des fibres a tendance à favoriser leur extraction. La quantité de fibres extraites des tiges de lin étudiées dans ce travail est plus importante que celles trouvées dans des études précédentes. Il est difficile d'expliquer ce résultat très séduisant (obtenu pour tous les lots étudiés) à ce stade mais cela pourrait être attribué à de très bonnes conditions de croissance associées à des procédés d'extraction bien adaptés, qui maintiennent bien les fibres ensemble et ne cassent pas une grande part de celles-ci. Des études supplémentaires pourraient être réalisées avec d'autres lots de tiges de variétés différentes car, si les résultats présentés dans cette étude étaient confirmés, cela augmenterait certainement le potentiel économique du lin oléagineux. Les tiges pourraient alors être davantage valorisées qu'actuellement. Le potentiel mécanique des fibres est affecté lors de leur extraction, étant réduit d'environ 50 % de son potentiel initial évalué pour des fibres extraites manuellement et avec le plus grand soin [9]. Néanmoins, ces propriétés restent à un niveau qui est parfaitement acceptable pour des applications techniques telles que des composites semi-structuraux ou des géotextiles.

REFERENCES

- [1] Gamon, G., Evon, P., Rigal, L. (2013). Twin-screw extrusion impact on natural fibre morphology and material properties in poly (lactic acid) based composites. *Ind. Crops Prod.*, 46: 173-185. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.01.026>
- [2] Evon, Ph., Vandenbossche, V., Pontalier, P.Y., Rigal, L. (2014). New thermal insulation fibreboards from cake generated during biorefinery of sunflower whole plant in a twin-screw extruder. *Ind. Crops Prod.*, 52: 354-362. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.10.049>
- [3] Evon, Ph., Vinet, J., Labonne, L., Rigal, L. (2015). Influence of thermo-pressing conditions on mechanical properties of biodegradable fibreboards made from a deoiled sunflower cake. *Ind. Crops Prod.*, 65: 117-126. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.11.036>
- [4] Evon, Ph., Vinet, J., Rigal, L., Labonne, L., Vandenbossche, V., Rigal, L. (2015). New insulation fibreboards from sunflower cake with improved thermal and mechanical properties. *J. Agric. Stud.*, 3(2): 194-211.
- [5] Gazagnes, E., Magniont, C., Escadeillas, G. (2009). Matériau composite de construction incorporant de la chènevotte de chanvre. Brevet FR 2.946.640.
- [6] ADEME Report. (2011). Assessment of natural fibre availability in France. http://ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/7629_0_12_evaluation_dispo_accessibility_fibres_veg_usage_s_materiaux.pdf
- [7] Rennebaum, H., Grimm, E., Warnstorff, K., Diepenbrock, W. (2002). Fibre quality of linseed (*Linum*

- usitatissimum L.) and the assessment of genotypes for use of fibres as a by-product. *Ind. Crops Prod.*, 16: 201-215. [https://doi.org/10.1016/S0926-6690\(02\)00048-1](https://doi.org/10.1016/S0926-6690(02)00048-1)
- [8] Tomljenovic, A., Erceg, M. (2016). Characterisation of textile and oleaginous flax fibrous and shives material as potential reinforcement for polymer composites. *Tekstilec.*, 34: 350-366. <https://doi.org/10.14502/Tekstilec2016.59.350-366>
- [9] Pillin, I., Kervoelen, A., Bourmaud, A., Goimard, J., Montrelay, N., Baley, C. (2011). Could oleaginous flax fibers be used as reinforcement for polymers? *Ind. Crops Prod.*, 34: 1556-1563. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.05.016>
- [10] Hernandez-Estrada, A., Gusovius, H.J., Müssig, J., Hugues, M. (2016). Assessing the susceptibility of hemp fibre to the formation of dislocations during processing. *Ind. Crops Prod.*, 85: 382-388. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.01.006>
- [11] Placet, V., Cisse, O., Boubakar, M.L. (2012). Influence of environmental relative humidity on the tensile and rotational behaviour of hemp fibres. *J. mater Sci.*, 47: 3435-46. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-6191-3>
- [12] Moothoo, J., Ouagne, P., Allaoui, S., Soulat, D. (2014). Vegetal fibre composites for semi-structural applications in the medical environment. *J. Reinf. Plast. Comp.*, 33: 1823-1834. <https://doi.org/10.1177/0731684414548608>
- [13] ISO 665: 2000. (2000). Oilseeds – Determination of moisture and volatile matter content. International Organisation for Standardization: Switzerland.
- [14] Charlet, K. (2008). Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par fibres de lin: relations entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Thèse de doctorat, Université de Caen, France.
- [15] ASTM D3822 / D3822M – 14. Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibres.
- [16] Lefeuvre, A., Bourmaud, A., Morvan, C., Baley, C. (2014). Elementary flax fibre tensile properties: Correlation between stress-strain behaviour and fibre composition. *Ind. Crops Prod.*, 52: 762-769. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.11.043>