



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



Ecole Nationale d'Ingénieurs  
Monastir - TUNISIE

\*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*



Université de Nancy I  
Nancy - France

\*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*\_ \*



# THESE

Présentée pour l'obtention du titre de Docteur de

**L'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir**

En Coopération avec

**L'Université Henri Poincaré**

En **Génie Textile & Sciences du Bois et des Fibres**

Par **BHOURI NAOUFEL**

**Comportement thermodynamique et dimensionnel  
des matériaux textiles soumis à des variations  
des conditions climatiques.**

*Soutenue publiquement le 09 Novembre 2009, à l'ENIM,*

## Membres du Jury

*M. Noureddine BOUKADIDA  
M. Joseph GRIL  
M. Sassi BEN NASRALLAH  
M. Patrick PERRE*

*Professeur de l'ISSAT, Sousse  
Directeur de recherche CNRS, Montpellier  
Professeur de l'ENIM, Monastir  
Professeur de l'ENGREF, Nancy*

*Président  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur*



# Remerciement

Je tiens à exprimer ma reconnaissance et ma gratitude à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin dans la préparation de cette thèse.

Ce travail a été effectué grâce à la collaboration entre l'Ecole Nationale des Ingénieurs de Monastir et l'Université Henry Poincaré Nancy 1, il a été effectué au sein de l'équipe anatomie et physique du bois du laboratoire d'études et de recherche sur le matériau Bois (**LERMaB**) sise à l'ENGREF de Nancy et l'équipe milieu poreux du laboratoire d'études des systèmes thermiques et énergétiques (**LESTE**).

Tout d'abord, je voudrais remercier **Monsieur Sassi Ben Nasrallah**, Professeur de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir pour l'honneur qu'il m'a fait en me confiant ce travail, en dirigeant sa progression et sa réalisation. J'exprime mon sincère remerciement et ma plus profonde reconnaissance, pour la confiance qu'il m'a fait en m'accueillant dans l'équipe milieux poreux du laboratoire LESTE depuis mon stage de fin d'études d'ingénieurs, tout le long du stage de Mastère de recherche et jusqu'aux derniers moments de la thèse. Je profite de ces quelques lignes pour saluer en lui l'homme scientifique et l'esprit perfectionniste qu'il a réussi à me transmettre. Veuillez trouver ici un signe de reconnaissance pour avoir guidé mes premiers pas dans la recherche.

Je ne manquerais pas de remercier **Monsieur Patrick Perré**, Professeur de l'Ecole Nationale du Génie Rurale des Eaux et des Forêts (ENGREF) pour m'avoir accueilli dans son équipe anatomie et physique du bois malgré la différence dans la formation de base. Ses qualités humaines et sa patience à la recherche et son professionnalisme dans le traitement des problèmes sont remarquables. Son activité et son pouvoir de motivation font de lui un modèle exceptionnel. Il a réussi à me montrer que la recherche se fait par amour et les objectifs se fixent par priorité. Je ne trouve pas les mots pour vous remercier, j'espère que vous trouvez dans ce rapport un peu de ce que vous avez voulu me transmettre.

Je ne manquerais pas de remercier **M. Noureddine Boukadida**, Professeur de l'Institut Supérieur des Sciences Appliquées et de Technologie de Sousse, pour avoir accepté la tâche fastidieuse de Rapporteur, je vous remercie pour la rapidité dans le temps de réponse et pour



la pertinence de vos remarques. Je vous remercie également pour l'honneur que vous m'avez fait d'avoir accepté de présider le jury et pour la qualité des discussions gérées.

Mes remerciements s'adresse également à **M. Joseph Gril**, Directeur de recherche au CNRS, d'avoir accepté d'être rapporteur dans ce travail malgré toutes les occupations et les charges professionnelles qu'il dispose.

Je ne manquerais pas de remercier **Mme Françoise HUBERT** pour m'avoir aidé à prendre les photos au Microscope électronique à balayage, nous avons passé ensemble des bons moments à la préparation des chiffons en coton et à chercher les méthodes de les fixer sans modifier leurs propriétés dimensionnelles. J'espère que vous trouvez ici un signe de reconnaissance aux efforts sacrifiés aux chiffons provenant de la Tunisie.

Mes reconnaissances s'adressent également à **M. Eric BADEL** qui a réussi à me transmettre sa patience envers les images obtenues par atténuation des rayons X et leurs méthodes d'analyse. Ses aides assez précieux dans la préparation des articles et ses qualités humaines sont considérés comme modèle.

Je remercie également **M. Philippe JACQUIN**, qui a toujours des réponses à tous les problèmes expérimentaux, je salut en lui l'esprit coopératif et l'ambition à la conception et à la création.

Je ne manquerais pas de remercier les autres membres du laboratoire qu'on a passé ensemble des moments inoubliables : *Romain, Aristide, Hassen, Mohamed, Saloua, Naoual, Bakary, Asghar, Newton, Tuan, Florian...* Bien que la période est courte, les moments de souvenir resterons graver à la mémoire.

Je remercie également, mes amis du laboratoire LESTE : *Nour, Fathi, Houda, Imed, Nidhal, Hanène, Amjed, Ines, Houcine, Sofien, Abdelaziz, Sami, Akram...* qu'ils trouvent ici un signe de reconnaissance du soutien moral pendant les moments les plus dure de la thèse.

Bien évidemment cette thèse n'aura jamais trouvé naissance sans l'aide de la famille : mon père **Mohamed** et ma mère **Faouzia** et mes soeurs **Najia** et **Nesrine**, j'espère qu'ils trouveront ici l'expression de ma reconnaissance et mes meilleurs vœux de réussite et de succès. Je leurs souhaite une longue vie pleine de bonheur, de santé et de joie.

---

# *Table des Matières*



# TABLE DES MATIERES

---

<i>Introduction Générale</i>	- 1 -
------------------------------	-------

---

---

<i>Chapitre 1</i>	
<b>Aperçu sur les matériaux textiles</b>	- 4 -

---

I.	Définition de matières textiles.....	- 6 -
II.	Présentation de la fibre de coton.....	- 7 -
III.	L'industrialisation des fibres de coton .....	- 9 -
III-1.	Les étapes de filature .....	- 9 -
III-2.	Les techniques de fabrication des étoffes textiles .....	- 11 -
III-2-1.	<i>Le tissu</i> .....	- 11 -
III-2-2.	<i>Le tricot</i> .....	- 12 -
III-3.	Les traitements de finition .....	- 14 -
III-3-1.	<i>Le débouillissage</i> .....	- 15 -
III-3-2.	<i>Le désencollage</i> .....	- 15 -
III-3-3.	<i>Le blanchiment</i> .....	- 15 -
III-3-4.	<i>Le mercerisage</i> .....	- 16 -
III-3-5.	<i>Les traitements de teinture</i> .....	- 17 -
IV.	Présentation des échantillons.....	- 17 -
V.	Conclusion .....	- 21 -

---

<i>Chapitre 2</i>	
<b>Influence de la teneur en eau sur les propriétés thermodynamiques des fibres textiles</b>	- 22 -

---

I.	Propriétés physiques de l'eau .....	- 24 -
I-1.	La structure moléculaire de l'eau .....	- 24 -
I-2.	Caractéristiques physiques de l'eau pure.....	- 26 -
I-3.	Conditions à l'interface entre deux états purs de l'eau.....	- 27 -

---

II.	Etats de l'eau dans les matériaux textiles .....	- 28 -
III.	Le phénomène de sorption .....	- 29 -
III-1.	Les isothermes de sorption .....	- 29 -
III-2.	L'hystérésis de sorption .....	- 31 -
IV.	Le processus de transport de l'eau .....	- 32 -
IV-1.	La tension superficielle .....	- 32 -
IV-2.	Le coefficient de diffusion .....	- 33 -
V.	Propriétés mécaniques et thermodynamiques des fibres textiles .....	- 34 -
V-1.	Le processus de sorption dans les fibres textiles .....	- 35 -
V-2.	La déformation anisotrope des fibres textiles .....	- 36 -
V-3.	Influence de la variation de la teneur en eau sur quelques propriétés mécaniques ...	- 38 -
V-3-1.	<i>L'allongement</i> .....	- 39 -
V-3-2.	<i>La résistance à la torsion</i> .....	- 39 -
V-3-3.	<i>La résistance au pli</i> .....	- 40 -
V-3-4.	<i>Effet du temps sur les propriétés mécaniques</i> .....	- 40 -
VI.	Conclusion .....	- 41 -

---

### *Chapitre 3*

#### **Mesure des cinétiques et des isothermes de sorption par le dispositif de la balance à suspension magnétique**

- 42 -

---

I.	Le dispositif expérimental .....	- 44 -
I-1.	La balance à suspension magnétique .....	- 45 -
I-2.	Un générateur d'air humide .....	- 46 -
I-3.	Une chambre de mesure .....	- 47 -
I-4.	Une unité d'acquisition.....	- 48 -
II.	Les réglages et les expériences préliminaires .....	- 49 -
II-1.	Etude de la stabilité et de la précision de la balance.....	- 49 -
II-1-1.	<i>Fréquence de tarage</i> .....	- 49 -
II-1-2.	<i>Précision de la balance</i> .....	- 51 -
II-1-3.	<i>Etude de la stabilité des cinétiques de sorption</i> .....	- 52 -
II-2.	Efficacité des mesures de l'humidité relative.....	- 52 -
II-3.	Etude de la stabilité de la température .....	- 56 -
III.	Etude du phénomène de sorption .....	- 58 -
IV.	Conclusion .....	- 63 -

---

## Chapitre 4

### Mesure de la déformation libre par traitement d'images

- 64 -

---

I.	Mesure optique et par laser de la déformation.....	- 66 -
I-1.	La technique de mesure par réflexion des rayons laser.....	- 66 -
I-2.	La technique d'analyse des images optiques.....	- 68 -
II.	Présentation de la technique de mesure par rayon X.....	- 71 -
II-1.	Le principe d'imagerie par rayon X.....	- 71 -
II-2.	Les avantages de l'imagerie par rayon X.....	- 73 -
II-3.	Présentation du dispositif expérimental.....	- 74 -
II-3-1.	Une source de rayon X.....	- 74 -
II-3-2.	Un scintillateur.....	- 75 -
II-3-3.	Un détecteur.....	- 75 -
II-3-4.	Une chambre conditionnée.....	- 75 -
III.	Les réglages et les corrections effectués.....	- 79 -
III-1.	Mise au point de la caméra.....	- 79 -
III-2.	Correction des images.....	- 80 -
III-2-1.	Correction de base.....	- 81 -
III-2-2.	Correction par filtre médian temporel.....	- 81 -
III-2-3.	Amélioration des paramètres d'acquisition.....	- 82 -
III-3.	Dimensionnement des échantillons.....	- 83 -
IV.	La méthode de mesure de la déformation par analyse d'images.....	- 84 -
IV-1.	Méthode d'analyse globale.....	- 85 -
IV-1-1.	Génération d'une image déformée.....	- 86 -
IV-1-2.	Procédure d'interpolation des niveaux de gris.....	- 88 -
IV-2.	Procédure de mesure de la déformation par la méthode de Simplexe.....	- 89 -
IV-2-1.	Principe de la méthode de Simplexe.....	- 89 -
IV-2-2.	Application de la méthode de Simplexe.....	- 91 -
V.	Etude du comportement du Jersey en coton.....	- 92 -
V-1.	Le protocole de mesure de la déformation.....	- 92 -
V-2.	Résultats et interprétations.....	- 93 -
VI.	Conclusion.....	- 97 -

---

## Chapitre 5

### Etude du comportement de la Toile : Mesure de l'effet de repassage

- 98 -

---

I.	Mesure de l'influence de repassage sur le processus de sorption.....	- 100 -
I-1.	Le processus de sorption de la Toile non repassée.....	- 100 -
I-2.	Etude de la précision de mesure des isothermes de sorption.....	- 102 -
I-3.	Etude de l'effet de repassage sur les isothermes de sorption.....	- 103 -

II.	Mesure de l'influence de repassage sur la déformation libre.....	- 107 -
II-1.	Mesure de la déformation de la Toile non repassée .....	- 107 -
II-2.	Effet de repassage.....	- 111 -
II-3.	Etude de l'isotropie de déformation .....	- 114 -
II-4.	Etude de la durabilité du traitement de repassage .....	- 115 -
III.	Conclusion .....	- 118 -

---

	<i>Conclusion Générale</i>	- 120 -
--	----------------------------	---------

---

---

	<i>Références Bibliographiques</i>	- 124 -
--	------------------------------------	---------

---

---

# *INTRODUCTION*





## ***Introduction Générale***

Le vêtement est une interface qui crée, par la couche d'air qu'il confine, un microclimat près du corps plus agréable que l'environnement extérieur. Il est capable de pomper l'humidité dégagée par le corps pour l'évacuer plus tard vers l'ambiance externe permettant ainsi de contribuer au maintien de la sensation du confort thermique. Cette aptitude dépend de la qualité des transferts couplés de chaleur et de masse générés par les processus d'adsorption/désorption de l'eau par la matière.

Le coton, l'une des plus anciennes fibres naturelles utilisées dans le domaine d'habillement, présente un toucher agréable, une bonne résistance mécanique, une bonne souplesse, une facilité d'entretien (délavage/détachage) et surtout un bon pouvoir absorbant. Ce qui lui confère un grand succès dans le marché mondial d'habillement et d'ameublement. La pénétration de l'eau dans le coton engendre une variation dimensionnelle plus ou moins accentuée qui dépend de la teneur en eau emmagasinée et des conditions climatiques ambiantes. Ce comportement entraîne des modifications morphologiques, en relation avec le liage géométrique, des étoffes industrialisées qui apparaissent sous forme de froissement de leurs états de surfaces.

Plusieurs travaux de recherche ont traité de l'influence de l'humidité relative sur le comportement des matériaux hygroscopiques tel que le bois (Badel [3], Botosso [13]) les matériaux de construction (Dwiargo [22]) ou les produits agro-alimentaires (Baucour [5], May et Perré [35]). Mais la littérature reste très limitée sur l'influence des méthodes d'agencement et des techniques de fabrication sur le comportement de retrait/gonflement des matériaux textiles.

Dans le cadre de notre étude intitulée « *Comportement thermodynamique et dimensionnel des matériaux textiles soumis à des variations des conditions climatiques* », nous nous proposons de chercher une méthode pour la mesure de la déformation libre sous sollicitations hydriques afin de quantifier la variation structurelle engendrée par l'humidification et le séchage des étoffes textiles. Cette technique sera utilisée pour mesurer la déformation résultante d'un cycle d'adsorption et de désorption successif de deux classes d'étoffes conçues en fibres de coton. Le processus de sorption sera étudié afin de justifier les types de réaction entre les molécules d'eau avec la matière et les modifications morphologiques engendrées.

Pour cela, nous présenterons, dans un premier chapitre, une introduction sur la morphologie des matériaux textiles en expliquant les différentes transformations que subies les fibres de coton pour passer de la plante à l'étoffe tout en présentant les variabilités d'origine naturelle et industrielle selon le domaine d'usage. Les échantillons appartenant aux deux classes sélectionnées, leurs caractéristiques mesurables et les principales raisons de choix seront présentés.

Dans un deuxième chapitre, nous nous intéresserons aux caractéristiques physicochimiques des fibres textiles d'une façon générale et précisément du coton, afin d'étudier leurs processus de sorption et les types de réactions entre les molécules d'eau et la matière. Quelques propriétés physiques de l'eau dans l'atmosphère ambiante et dans la structure supramoléculaire des fibres textiles seront présentées pour introduire les lois de transport de l'eau et les changements dimensionnels occasionnés.

Nous présenterons, dans le troisième chapitre, le dispositif de mesure des cinétiques et des isothermes de sorption et ses différentes caractéristiques. Quelques expériences préliminaires, afin d'ajuster le protocole de mesure et de connaître les précisions des capteurs, seront présentées. Le processus de sorption des échantillons en tricot Jersey à deux températures différentes sera traité. Une comparaison entre les isothermes de sorption du Jersey et des fils défilés de leur structure sera effectuée afin de déterminer l'influence du serrage géométrique sur les capacités de sorption.

Trois techniques de mesure de la déformation libre sans contact seront présentées dans le quatrième chapitre, afin de sélectionner la technique la plus adéquate pour les matériaux textiles. Les caractéristiques techniques de ces dispositifs, leurs performances ainsi que les corrections adaptées à la méthode choisie seront également présentées. Les coefficients de déformation plane du Jersey seront déterminés en fonction des humidités relatives et interprétés à l'aide de considérations géométriques de la structure. Des images prises au microscope électronique environnemental seront utilisées pour justifier les interprétations effectuées.

Dans le cinquième chapitre, nous présenterons l'influence du repassage sur la déformation résultante d'un processus d'adsorption/désorption et la durabilité des changements occasionnés. Une comparaison entre les capacités de sorption de la même étoffe repassée et non repassée pendant deux cycles successifs d'humidités relatives sera proposée.

# *Chapitre 1*

---

*Aperçu sur les matériaux textiles.*

## Chapitre 1

### Aperçu sur les matériaux textiles.

I.	Définition de matières textiles .....	- 6 -
II.	Présentation de la fibre de coton .....	- 7 -
III.	L'industrialisation des fibres de coton .....	- 9 -
III-1.	Les étapes de filature .....	- 9 -
III-2.	Les techniques de fabrication des étoffes textiles .....	- 11 -
III-2-1.	<i>Le tissu</i> .....	- 11 -
III-2-2.	<i>Le tricot</i> .....	- 12 -
III-3.	Les traitements de finition .....	- 14 -
III-3-1.	<i>Le débouillissage</i> .....	- 15 -
III-3-2.	<i>Le désencollage</i> .....	- 15 -
III-3-3.	<i>Le blanchiment</i> .....	- 15 -
III-3-4.	<i>Le mercerisage</i> .....	- 16 -
III-3-5.	<i>Les traitements de teinture</i> .....	- 17 -
IV.	Présentation des échantillons .....	- 17 -
V.	Conclusion .....	- 21 -

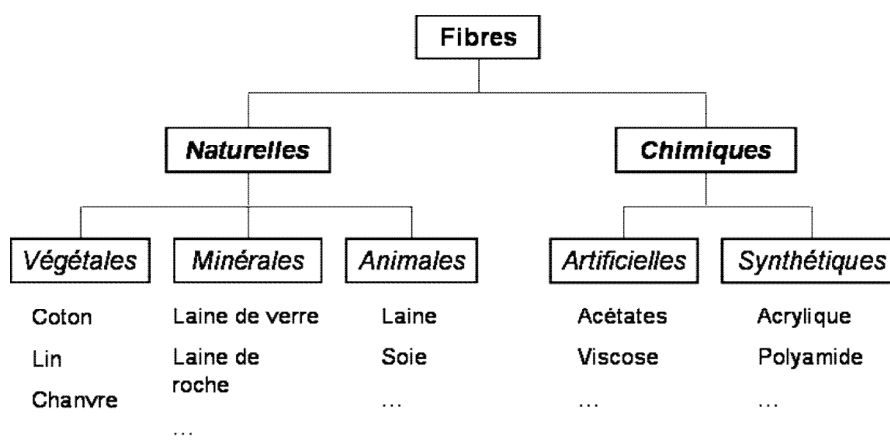
Nous nous proposons dans ce chapitre d'effectuer une introduction générale sur la variabilité des matériaux textiles à base de coton selon les différentes échelles d'études en commençant par une présentation botanique, et une exposition de la composition chimique pour arriver aux différentes contextures et traitements de finissage. Les caractéristiques mesurables et les propriétés des échantillons choisis seront présentées.

## I. Définition de matières textiles

Les matériaux textiles sont des matières à base fibreuses obtenues par l'assemblage de fils ou de fibres. Nous notons par fibres, les unités de base des matières textiles. Elles peuvent être produites d'une façon naturelle ou industrielle. Elles sont caractérisées par leur longueur, leur finesse et leur ténacité (résistance). Les diamètres varient de l'ordre d'un micromètre à quelques centaines de micromètres. Au cours de la constitution de la matière textile, les fibres peuvent être assemblées par un couple de torsion assurant la formation d'une structure linéique appelée fils ou par un entremêlement au hasard pour former des non tissés. Les fils peuvent être commercialisés en tant qu'accessoires de merceries ou utilisés en tant que matière de base pour la fabrication des tricots et des tissus.

Les traitements de finissage et les origines des fibres utilisées sont les facteurs les plus influençant de la qualité du produit fini et de sa forme esthétique. Les matériaux textiles ont élargis leurs domaines d'usage pour englober, en plus de l'habillement, des domaines plutôt techniques tel que les géotextiles, les composites, les filtres, ...

Les fibres textiles peuvent être classées en deux catégories (*figure I.1*) selon leurs origines [42] : les fibres naturelles d'origine végétale, animale, ou minérale et les fibres chimiques qui peuvent être divisées de leurs cotés en fibres artificielles et fibres synthétiques.

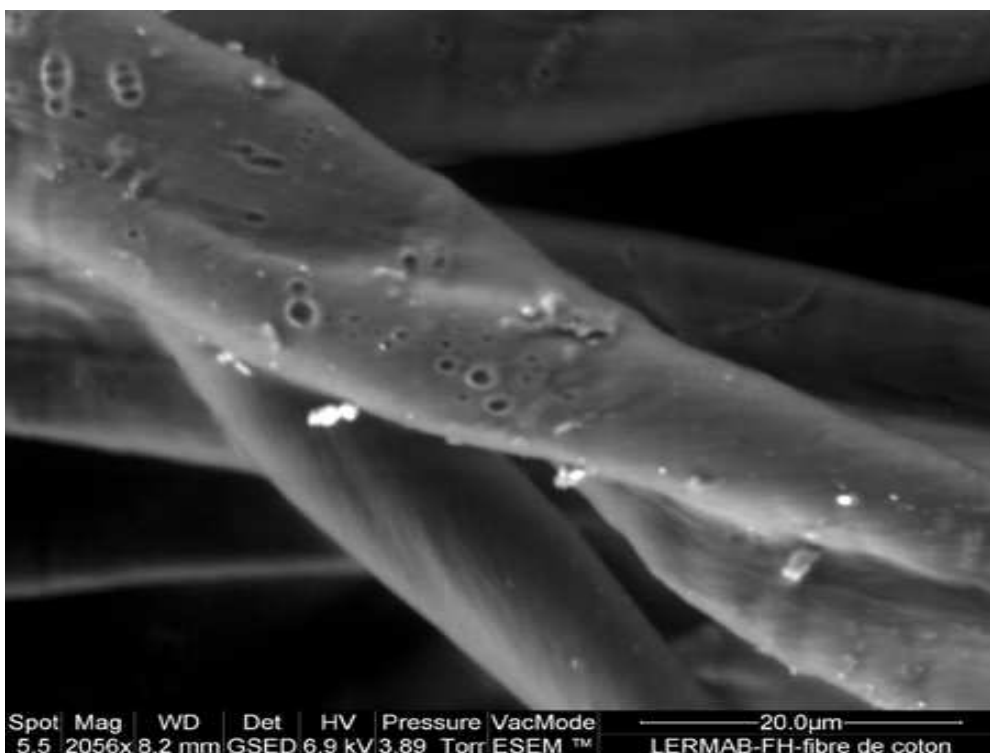


*figure I.1 : Classification des fibres textiles*

Outre la classification en fonction de leurs origines, les fibres se caractérisent par plusieurs propriétés intrinsèques (finesse, longueur, forme de la section, cristallinité, ...) qui confèrent à l'étoffe finale des caractères particuliers au niveau du comportement mécanique, de la brillance, du toucher, ...

## II. Présentation de la fibre de coton

Le coton est l'une des plus anciennes fibres naturelles, utilisées dans le domaine d'habillement, il est reconnu depuis 3000 ans avant JC en Inde et en Amérique du Sud. Le coton est une fibre d'origine végétale (*figure I.2*), il provient des fibres qui entourent la graine du cotonnier. Il s'agit d'un arbuste de la famille des malvacées du genre « *Gossypium* ». Parmi plusieurs espèces de cotonnier (environ 1500 espèces) 4 espèces seulement sont, par raison de longueur, filables.



*figure I.2 : Image au microscope électronique d'une fibre de coton*

Le coton est une fibre monocellulaire, expansion des cellules épidermiques de la graine du cotonnier. Il se présente sous forme d'un haricot de l'ordre de 1 à 4 cm de longueur et de 10 à 30  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. La coupe transversale d'une fibre de coton montre un empilement de plusieurs couches de composition et d'orientation différentes, dont on cite une cuticule, une paroi primaire, une paroi secondaire et un cytoplasmique ou lumen (*figure I.3*).

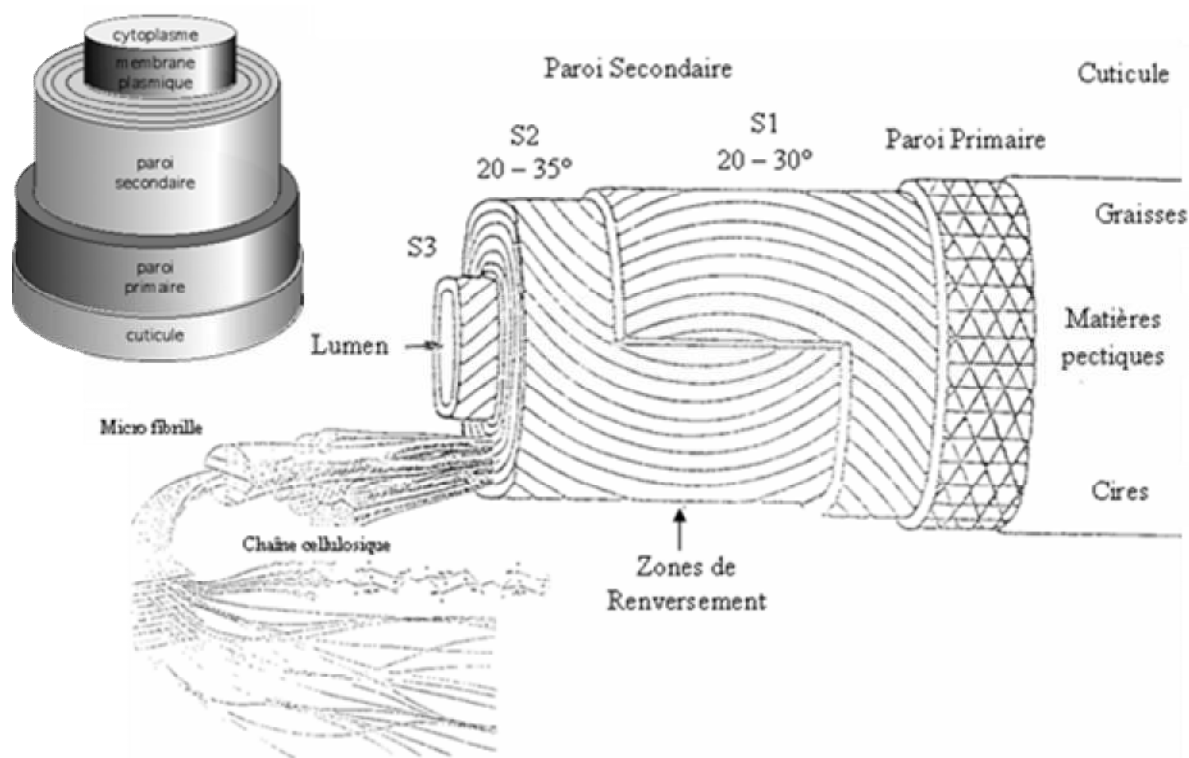


figure I.3 : Structure supramoléculaire des chaînes cellulose dans la fibre de coton [53]

Le constituant majoritaire du coton est de loin la cellulose à  $\approx 90\%$  enrobée par d'autres constituants tel que les cires, les pectines, l'eau avec d'autres poussières de matière colorée, protéines, potassium, magnésium, calcium et sodium...

Le tableau I.1 est extrait de « *American Cotton Handbook* [37] », il présente un résumé des résultats analytiques provenant de plusieurs sources concernant les constituants chimiques de la fibre de coton :

Source	Church&Miller	Wanamakers Cleveland A.C.S. Cellulose DIV.		Nickerson	Trotman & Pentecost	Matthews 5 <sup>ème</sup> édition
		Brut	Délavé		Débouilli	
	1922	1923		1940	1910	1947
<b>Cellulose</b>	91.0	89.3 – 90.5	99.5 – 99.6	80 – 85	99.1 – 99.5	94
<b>Eau</b>	8.0	Sec	Sec	6 – 8	Sec	Sec
<b>Cires</b>	0.35	4.0 – 4.1	----	0.4 – 1.0	0.01 – 0.15	0.6
<b>Protéines</b>	0.53	----	----	1.2 – 2.5	0.63 – 3.2	1.3
<b>Pectines</b>	----	----	----	0.4 – 1.1	----	1.2
<b>Cendres</b>	0.12	1.0 – 1.1	0.09	0.8 – 1.8	0.05 – 0.75	1.2
<b>Matières Cuticuleuses</b>	----	0.69 – 0.72	----	----	----	----
<b>Autre résidus</b>	----	----	----	----	----	1.4

Tableau I.1 : La composition en pourcentage de la fibre de coton [37]

Le tableau I.1 montre une variation importante dans les composants mineurs de la fibre de coton. Dans tous les cas, c'est la couche externe de la fibre qui contient les cires et les pectines et elle pourra être totalement éliminée par les traitements standard d'ennoblissement



permettant ainsi d'augmenter le taux d'hygroscopicité des fibres. D'autres études indiquent que la paroi primaire de la fibre de coton contient des groupements de microfibrilles de cellulose entretenus par des matières pectiques et enduites par des cendres.

Il est généralement reconnu que la cellulose de la paroi primaire est plus résistante au solvant cuproammoniacal et aux autres solvants classiques que la cellulose de la couche secondaire, à cause de l'enduction de la couche primaire par les matières pectiques.

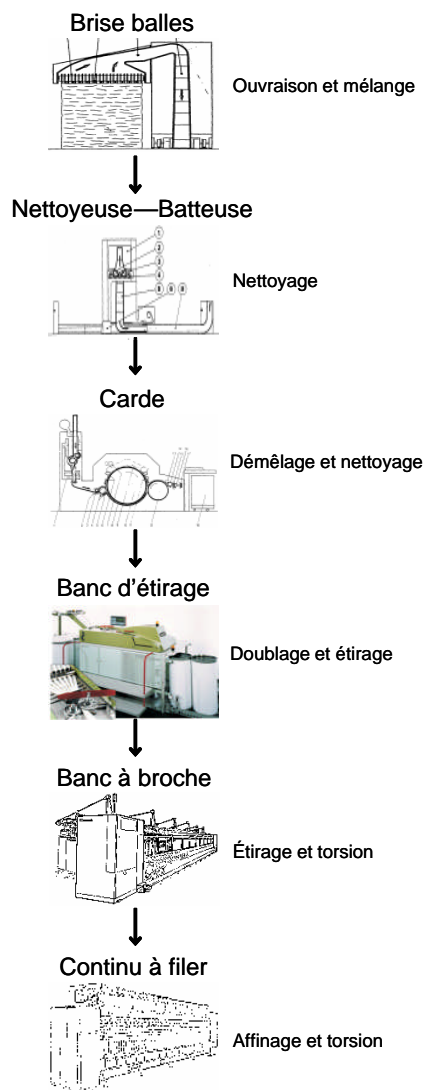
### **III. L'industrialisation des fibres de coton**

Dès l'ouverture des capsules, les fibres de coton, se mettant à la surface, sont récoltées d'une façon manuelle ou mécanique. Bien que la méthode manuelle nécessite une main d'œuvre importante, beaucoup plus de temps et une cueillette à plusieurs passages, elle reste préférée puisqu'elle permet d'obtenir une meilleure qualité des fibres exemptes des débris végétaux et selon un degré de maturité uniforme. Les fibres de coton sont ensuite envoyées aux usines d'égrenage afin de leurs séparer des graines qui seront utilisées dans la plupart des cas pour extraire une huile alimentaire de haute qualité. Ces fibres sont enfin compressées, sous une pression d'environ 7 MPa [8], dans des balles de poids compris entre 100 et 340 kg pour faciliter leurs déplacements vers les industries textiles, papetières ou de non tissés.

#### ***III-1. Les étapes de filature***

Le fil est une structure linéique textile obtenue par l'assemblage des fibres à l'aide d'une torsion plus ou moins importante pour avoir la grosseur et la cohésion appropriée aux usages destinées. Le type des fibres et leurs longueurs sont les deux critères déterminant du processus de filature. Nous présentons brièvement les opérations de filature adaptées aux fibres de coton (*figure1.4*), en montrant leurs objectifs et leurs intérêts.

La filature est l'étape de transformation du coton brut transporté en flocon de fibres à des structures linéiques plus homogènes. En effet, les balles de coton reçues dans les ateliers à destination de filature sont échantillonnées, afin de sélectionner parmi les différentes qualités et origines, celles qui peuvent être associées afin d'obtenir un fil de qualité homogène. Les balles sont ouvertes par passage dans un brise-balles, puis battues dans une nettoyeuse-batteuse sous l'effet d'un courant d'air qui permet d'éliminer les corps étrangers et les brins trop courts contenus dans le coton. A ce stade de traitement, les fibres sont présentées sous forme de flocon dans le but de les ouvrir, les mélanger et les nettoyer.



figureI.4 : Le processus de filature classique des fils en coton [51]

Au cours de l'étape de cardage, les fibres naturelles de coton seront séparées les unes des autres, peignées, redressées, parallélisées et nettoyées. Un ruban de carde, dont le nombre de fibre à la section est assez important, est alors obtenu. La phase de démêlage peut être suivie d'une étape facultative de peignage qui permet d'extraire les fibres de coton les plus longues pour les utiliser dans la fabrication des tissus à hautes qualités.

La phase d'étirage (ou doublage) a ensuite pour but d'harmoniser l'épaisseur du ruban de carde par étirage des fibres. Cette opération s'effectue par passage de plusieurs rubans entre différents rouleaux de caoutchouc tournant à des vitesses de plus en plus rapide.

Finalement, plusieurs rubans sont étirés et tordus ensemble pour donner le fil définitif. Cette opération s'effectue dans deux machines distinctes : un banc à broches, tout d'abord, a pour fonction d'effectuer le filage en gros, en assemblant plusieurs fibres entre elles et en les tordant de manière à obtenir un fil de diamètre assez grossier, appelé mèche, qui sera enroulé

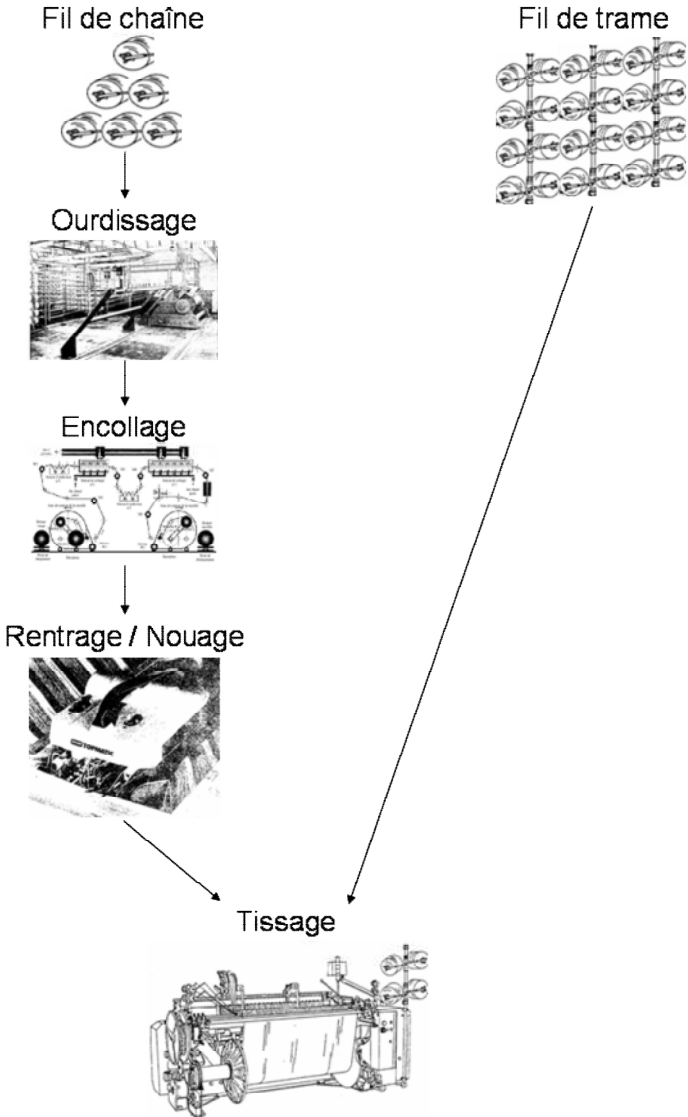
sur une bobine. Ensuite, un continu à filer a pour objet de réduire le diamètre du fil à sa taille définitive. La torsion finale apportée au fil dépend de l'usage destiné.

**III-2. Les techniques de fabrication des étoffes textiles**

Une étoffe textile est un ouvrage bidimensionnel obtenu à partir d'un ou de plusieurs fils arrangés d'une manière spécifique au processus de fabrication. Nous présentons ci-dessous les étapes de fabrication des tissus et des tricots et les caractéristiques appropriées.

**III-2-1. Le tissu**

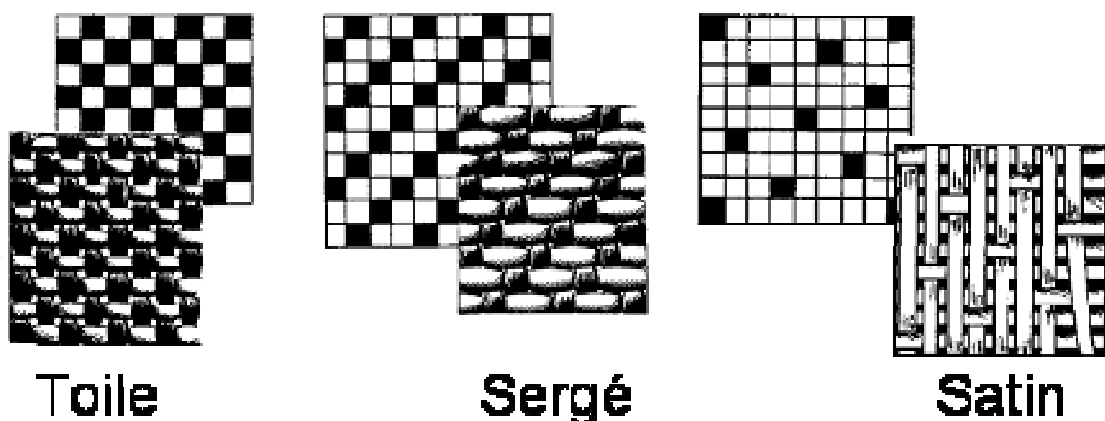
Le tissage est l'entrecroisement perpendiculaire d'une nappe de fils de chaîne et d'une nappe de fils de trame selon une armure bien définie. L'étoffe ainsi obtenue s'appelle tissu. Cette opération nécessite plusieurs préparations pour être réalisée tel que l'ourdissage, l'encollage, et le rentrage ou le nouage (figureI.5).



figureI.5 : Les étapes industrielles de tissage et de préparation au tissage

Les bobines de fils, provenant des ateliers de filature, sont triées en fils de chaîne et fils de trame selon leurs grosseurs et leurs taux de torsion. Les fils de chaîne seront agencés parallèlement sur une ensouple pour former une nappe animée par une tension homogène (ourdissage), ensuite ils seront enrobés par une colle capable d'améliorer leur solidité et d'augmenter leur résistance afin de supporter les sollicitations mécaniques lors du tissage (encollage). Les fils de chaîne enduits, seront noués à l'extrémité de la nappe formant l'ancienne ensouple de la machine à tisser pour assurer la continuité de la production, ou ils seront rentrés dans les cadres pour permettre la réalisation d'une nouvelle armure. Les fils de trame seront rentrés dans la foule formée par les fils appartenant aux cadres levés de la machine à tisser et les fils laissés en suivant un motif d'entrelacement répétitif tout le long de l'étoffe appelé armure.

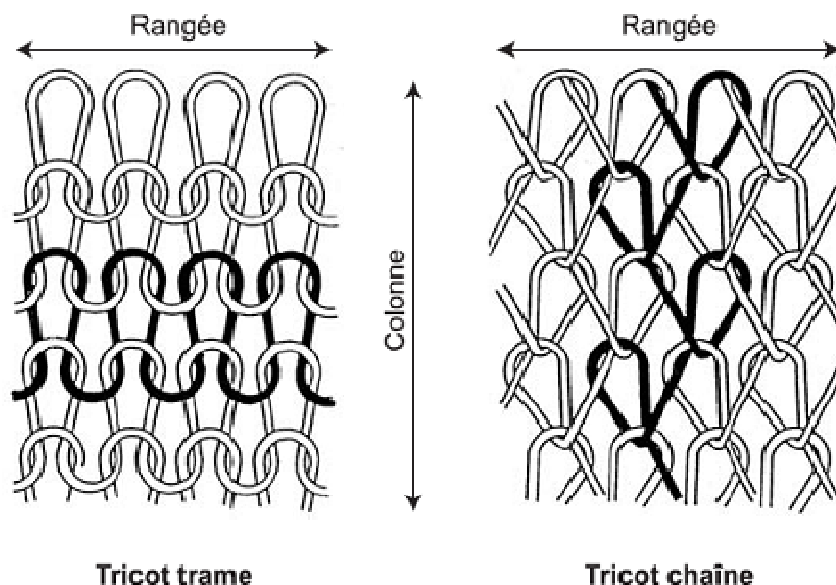
Les trois armures de base les plus reconnues dans la fabrication des tissus sont : la toile, le sergé et le satin (*figureI.6*). Ces armures, de densité différente, offrent une infinité de dérivés qui se caractérisent par un domaine d'usage varié et un effet esthétique différent.



*figureI.6 : Les armures de base d'un tissu*

### *III-2-2. Le tricot*

Le tricotage consiste à former des boucles de fil, appelées mailles, qui s'entrelacent entre elles pour générer un tricot. Dans la largeur du tricot, les mailles sont juxtaposées tandis que dans la direction longueur les mailles sont imbriquées les unes dans les autres. Ces directions sont plus reconnues sous les appellations respectives : rangée de mailles et colonne de mailles. On distingue entre deux familles de tricots correspondants à des procédés de fabrication différents (*figureI.7*) : les tricots trames et les tricots chaînes.



figureI.7 : Les classes des tricots [42]

Les tricots trames, appelés également tricot à mailles cueillies, sont obtenus par l'entrebouclage d'un même fil selon un liage bien défini pour avoir une aisance de déformabilité plus importante dans la direction de rangées que de colonnes de mailles. Ils sont utilisés essentiellement pour la fabrication des pulls, T-shirt, et sous vêtements, ... Tandis que les tricots à mailles jetées (Tricots chaînes) nécessite l'utilisation simultanée de plusieurs fils car les mailles issues d'un même fil n'appartiennent pas à la même rangée. Ces tricots ont la particularité d'être indémaillables, ils sont notamment utilisés pour les maillots de bain, les fausses dentelles et les artères artificielles...

Deux types de machines (*figureI.8*) sont utilisés pour la fabrication des tricots :

- **Les tricoteuses rectilignes :**

Ces machines présentent des jauges de faibles valeurs (entre 2 et 18 aiguilles/pouce) ce qui donne généralement des tricots à mailles grossières dont la densité dépend de la grosseur du fil utilisé.

- **Les tricoteuses circulaires :**

Ces machines sont plus fréquentes dans les industries des tricots fins (sous vêtement, chaussettes, ...) puisqu'elles présentent des jauges fines (entre 12 et 96 aiguilles/pouce) et utilisent des fils de faibles titres. Ces machines peuvent réaliser autant de rangés de mailles dans chaque tours que le chariot de came peut effectuer de chutes (généralement entre 8 et 120 chutes).

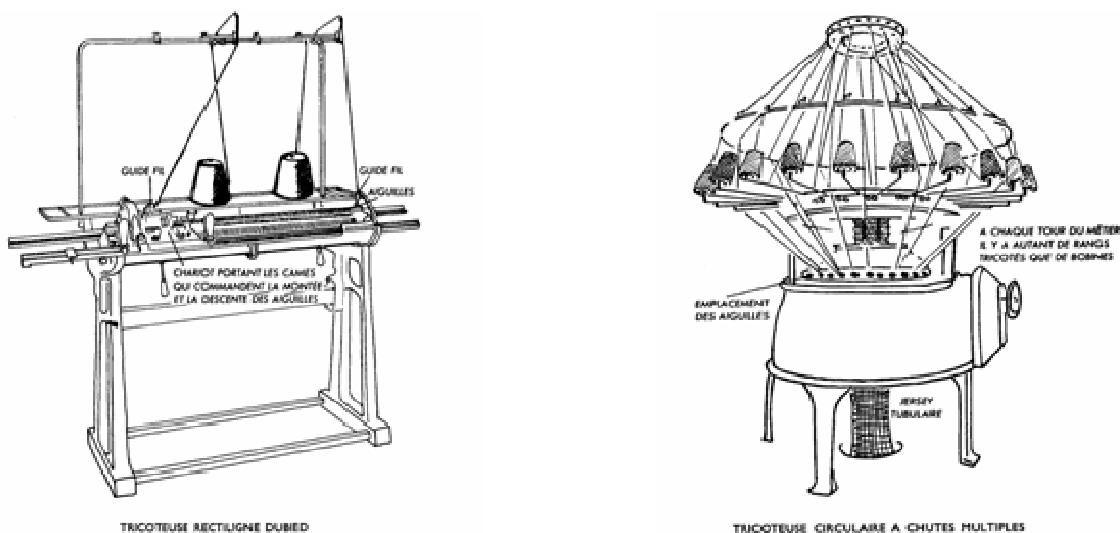


figure 1.8 : La machine de tricotage rectiligne et la machine de tricotage circulaire

Les tricots issus des machines circulaires ont une forme tubulaire et les mailles sont juxtaposées en hélice dont l'angle d'inclinaison dépend du nombre de chute réalisé à chaque tour.

Les étoffes tricotées sur des métiers circulaires sont plus fines et plus serrées, ce qui donne à l'étoffe une plus grande élasticité et une aptitude plus importante à se déformer en fonction de la mobilité des mailles pour trouver leur état relaxés.

Les tricots sont caractérisés par leurs liages, leurs densités et leurs longueurs du fil nécessaire pour former une maille (LFA). On distingue entre plusieurs liages qui dépendent du domaine d'usage, de l'effet de fantaisie recherché et la qualité esthétique (figure 1.9).

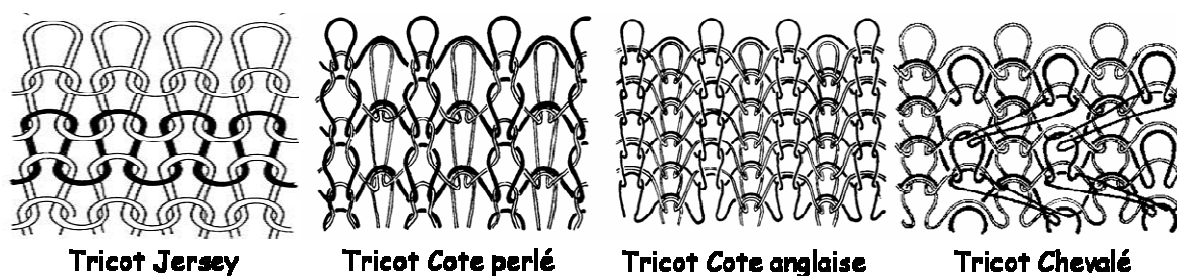


figure 1.9 : Exemples de liages tricotés

### III-3. Les traitements de finition

Les traitements pré tinctoriaux consistent à améliorer l'aptitude des articles en coton à réagir avec les produits d'ennoblissement et d'éliminer les impuretés qui peuvent nuire à l'homogénéisation de la teinture et à la pénétration de l'eau. Les traitements pré tinctoriaux dépendent de l'état des fibres et du stade de fabrication dans lequel se trouve la matière.

### *III-3-1. Le débouillissage*

Au fur et à mesure qu'il se forme, le coton est entouré par de la cire polypeptides qui les protègent des agressions extérieures. De plus, le coton contient encore d'autres impuretés végétales résultant de l'égrenage. Toutes ces impuretés et d'autres, qui forment 9% du poids du coton, s'opposent à la pénétration des colorants et des agents d'apprêt. Pour cela il est nécessaire de les éliminer pour rendre le coton hydrophile.

Le principe consiste à traiter la matière à 100°C pendant 1 à 3 heures au moyen des lessives alcalines diluées pour saponifier les matières grasses imprégnant le coton et mettre en émulsion celle qui n'est pas saponifiable.

### *III-3-2. Le désencollage*

Avant leurs passages sur métiers à tisser, les fils de chaînes doivent subir un encollage qui consiste à les enrober par une couche de colle, généralement à base d'amidon afin d'améliorer la résistance et de baisser les coefficients de frottement fil-fil et fil-métal. Ce produit d'encollage au contact des bains alcalins se transforme en substances visqueuses qui empêchent le colorant de pénétrer à l'intérieur de la fibre ce qui génère un mauvais unisson. L'opération d'éliminer cette colle s'appelle le désencollage. Elle s'effectue soit par un traitement en milieu oxydant (plus agressif sur la composition chimique de la fibre) ou par l'usage des enzymes (une protéine à haut poids moléculaire soluble dans l'eau) dans des conditions expérimentales bien définies.

### *III-3-3. Le blanchiment*

Le coton à l'état brut peut avoir une nuance jaune ou beige, le rôle du blanchiment est d'enlever cette couleur naturelle chaque fois qu'elle n'est pas compatible avec la présentation finale de la marchandise comme par exemple le cas d'un article vendu en blanc ou teint en tons clairs et vifs.

Le blanchiment a pour but d'atteindre un degré de blanc élevé et uniforme qui soit stable lors du stockage tout en assurant une dégradation minimale de la matière.

Il y a trois types de traitements de blanchiments différents :

- ***Blanchiment à l'eau oxygénée :***

Le peroxyde d'hydrogène est largement utilisé pour le blanchiment des matières textiles en fibres cellulosiques à condition de l'appliquer dans les meilleures conditions puisqu'il risque d'oxyder la cellulose.

Le bain de blanchiment doit contenir : le peroxyde d'hydrogène  $H_2O_2$  (un agent de blanchiment), la soude  $NaOH$  (un agent de décomposition) et le silicate de soude ou des stabilisants organiques (agent de stabilisation). Ce traitement s'effectue à haute température ( $100^\circ C$ ) pour avoir une meilleure efficacité.

- ***Blanchiment à l'eau de javel :***

L'hypochlorite de sodium ou eau de javel est un oxydant très fort ayant un potentiel redox élevé qui varie en fonction du pH ce qui rend cet agent plus efficace et plus dégradant de la cellulose, il est nécessaire lors de son utilisation de suivre précisément les conditions opératoires.

Le bain de blanchiment à température ambiante doit contenir de l'eau de javel et du carbonate de soude qui sert à atteindre un  $pH > 10$  ce qui évite une dégradation trop importante de la matière qui doit être neutralisée par un traitement d'anti-chlore utilisant de l'acide chlorhydrique et du bisulfite de soude liquide.

- ***Blanchiment au chlorite de soude :***

Le chlorite de sodium est vendu sous forme de poudre cristalline de 70–80% de  $NaClO_2$ . Il assure un très bon rendement mais il est extrêmement dangereux (une combustion spontanée se déclenche au contact avec une surface organique). Ce blanchiment s'effectue dans un milieu acide ( $pH = 3 - 4.5$ ) à la température de 70 à  $95^\circ C$  dans un bain contenant un agent de blanchiment (le chlorite de soude), un agent régulateur du pH (l'acide formique), un agent tampon (le phosphate bisodique  $Na_2HPO_4$ ) en plus d'un agent anti-ferreux (le bi fluorure d'ammonium). Ce mode de blanchiment est en train de disparaître car il est dangereux et polluant.

### *III-3-4. Le mercerisage*

Le coton est une fibre constituée par des zones cristallines et des zones amorphes. Les zones cristallines présentent des chaînes de celluloses ordonnées entre elles pour former un réseau d'atomes cubique à faces centrées, avec un faible nombre d'interstices apte de réagir avec les molécules de colorants ou les molécules d'eau. Les zones amorphes sont composées des chaînes cellulosiques en désordre total qui présentent des grandes affinités aux molécules de colorants. Cette affinité non homogène risque de causer un mauvais unisson dans la matière traitée.



Pour éviter ce problème, un traitement de mercerisage est nécessaire afin de déformer la structure cristalline et homogénéiser l'affinité des fibres, ce qui cause une augmentation de la brillance, de l'affinité tinctoriale et des propriétés mécaniques des matières en coton.

Ce traitement est destiné pour les fils à coudre et les étoffes pour impression de hautes qualités. Il consiste à imprégner à froid la matière sous tension, pendant un court instant dans un bain de soude caustique concentré. L'alcali cellulose formé sera neutralisé dans un bain d'acide acétique pour retourner à la cellulose dans un état plus amorphe.

### *III-3-5. Les traitements de teinture*

Les matières d'origine végétale et contenant la cellulose se teignent généralement par les colorants réactifs, les colorants directs ou les colorants de cuve ou de soufre. Bien que les colorants de cuve et de soufre soient les colorants les plus solides avec une très bonne résistance au lavage, ils restent les colorants les moins utilisés à cause de leurs prix assez élevés et leurs taux de pollution engendrés. Les colorants réactifs présentent une meilleure résistance et une meilleure solidité aux épreuves humides avec un processus d'application nettement plus simple que celui des colorants directs mais la gamme de couleurs offerte par ces deux types de colorants sont complémentaires. L'ordre de prix estimé et la destination d'usage des produits finis sont les paramètres les plus déterminants sur le type de colorant choisis.

## **IV. Présentation des échantillons**

Marie Ange Bueno [14] a décomposé les travaux de recherche effectués sur les matériaux textiles en quatre échelles d'études différentes :

**L'échelle macroscopique** (de 1 mm et à 1 m) : il correspond à l'étoffe réalisée à partir d'un ou de plusieurs fils. L'étoffe a également sa structure (armure d'un tissu ou liage d'un tricot), sa contexture (densités des fils par centimètre) et sa masse surfacique.

**L'échelle mésoscopique** (de 0,1 mm à 1 mm) : il correspond au fil constitué par l'assemblage des fibres selon une torsion et une masse linéique spécifique.

**L'échelle microscopique** (de 1  $\mu\text{m}$  à 0,1 mm) : il correspond à l'échelle de la fibre ou du filament, à cette échelle la morphologie, la maturité et la finesse trouvent leurs plus grandes importances.

**L'échelle nanoscopique** ( $<1 \mu\text{m}$ ) : il concerne la structure moléculaire de la fibre ou du filament unitaire en tenant compte des liaisons effectuées.

Compte tenu de la diversité des échelles d'étude, les matériaux textiles à base de coton présentent une infinité de caractéristiques, dont certaines ont des origines naturelles tel que la maturité, la longueur des fibres et leurs diamètres,... et d'autres provenant des procédés de fabrication tel que la masse linéique, la régularité du diamètre, le taux de torsion, la densité, la contexture, l'épaisseur,... sans oublier l'influence des modifications nanoscopiques sur les propriétés des étoffes lors des traitements d'ennoblissement et de teinture.

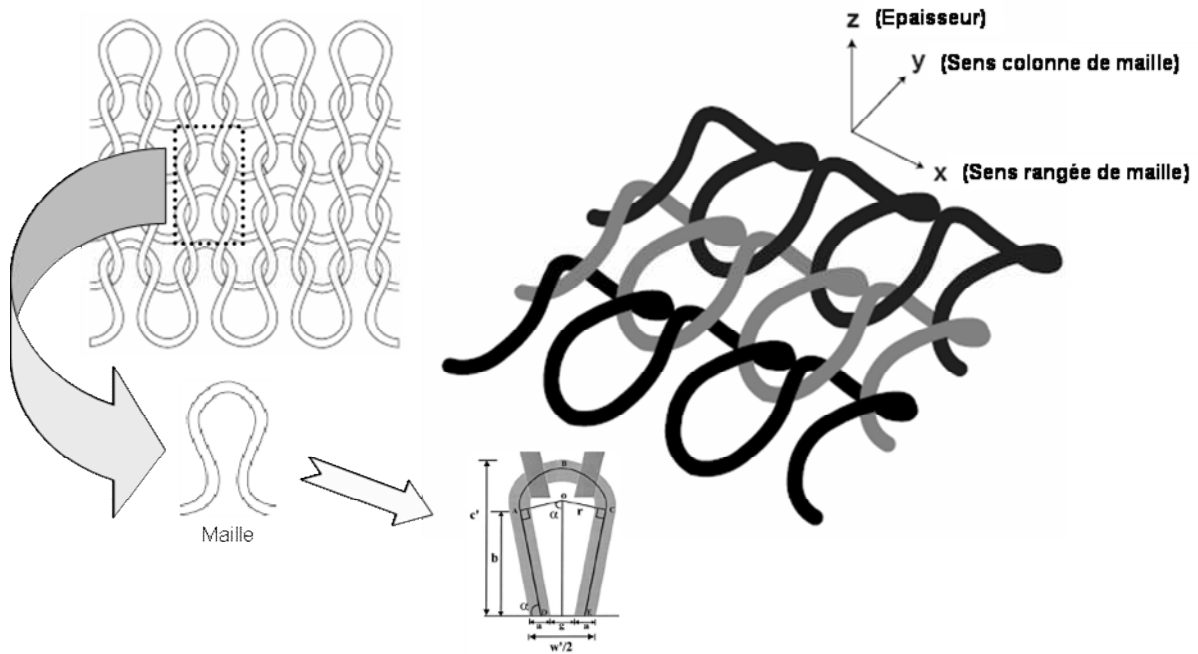
Pour le déroulement de tous nos expériences, nous avons sélectionné un échantillon de tissu Toile et un échantillon de tricot Jersey prêt à porter en coton blanchi dont les caractéristiques sont présentés dans le Tableau I.2.

Tissu		Tricot	
Armure	Toile	Liage	Jersey
Nm fil de chaîne	38,5	Nm fil	42
Nm fil de trame	30	Densité de maille par rangée	13 mailles/cm
Compte chaîne	24 fils/cm	Densité de maille par colonne	20 mailles/cm
Compte trame	22 fils/cm	Grammage	166,67 g/m <sup>2</sup>
Masse surfacique	130 g/m <sup>2</sup>	Epaisseur	0,5975 mm
Retrait	1,385%	Longueur du Fil Absorbé	3,01 mm
Embuvage	8%		
Epaisseur	0,4133 mm		

Tableau I.2 : Caractéristiques textile des échantillons

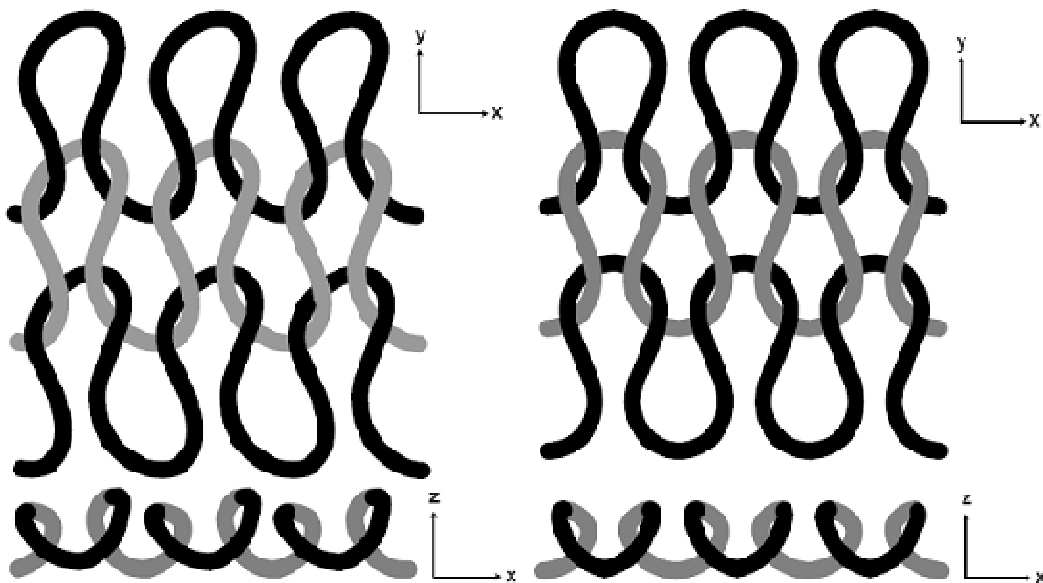
Le Jersey est un liage obtenu par l'entre bouclage d'un même fil pour donner une structure périodique, symétrique appelée maille (*figure I.10*). C'est la structure la plus utilisée que ce soit en habillement (T-shirt, pull-over, chaussette,...) ou pour des applications techniques (support d'enduction, renfort de matériaux composites,...). La forme géométrique de la maille est complexe, elle présente une structure 3D offrant au tricot deux faces différentes : une face endroit montrant les ailes de mailles et une face envers montrant les têtes et les pieds de mailles. Une sollicitation mécanique sur le tricot montre une bonne extensibilité dans la direction des rangés de mailles où les ailes présentent une aisance de déformabilité importante.

Le tricot jersey reconnaît un état relaxé stable et reproductible défini par Munden [38] en 1959, cet état correspond à l'état d'énergie minimum du tricot auquel Doyle [20] a associé une grandeur physique caractéristique : c'est la longueur du fil absorbée (LFA) (voir paragraphe III-2-2.), cette grandeur reste quasiment constante lorsque l'on déforme un tricot dans le domaine du réarrangement de sa structure. Postle [47] et Knapton [30] ont montré que la méthode la plus rapide de trouver l'état relaxé d'un tricot en coton est de le tremper dans un bain aqueux et de le soumettre à une agitation mécanique pour réduire toute sorte de frottement inter fils.



figureI.10 : Représentation schématique d'un tricot Jersey : forme géométrique complexe

Le jersey que nous avons utilisé dans le déroulement de nos expériences est issu d'un tricot de maille fine conçu à l'aide d'une machine de tricotage circulaire. Ce type de machine offre une grande production en tricotant continuellement plusieurs rangés de mailles dans chaque cycle ce qui se traduit par la formation des mailles en hélice dont l'angle d'inclinaison dépend de la bande de production. Le fil utilisé est un filé simple de fibres en coton de numéro 42 ayant subi une torsion Z dont le taux est de 960 tours/m.

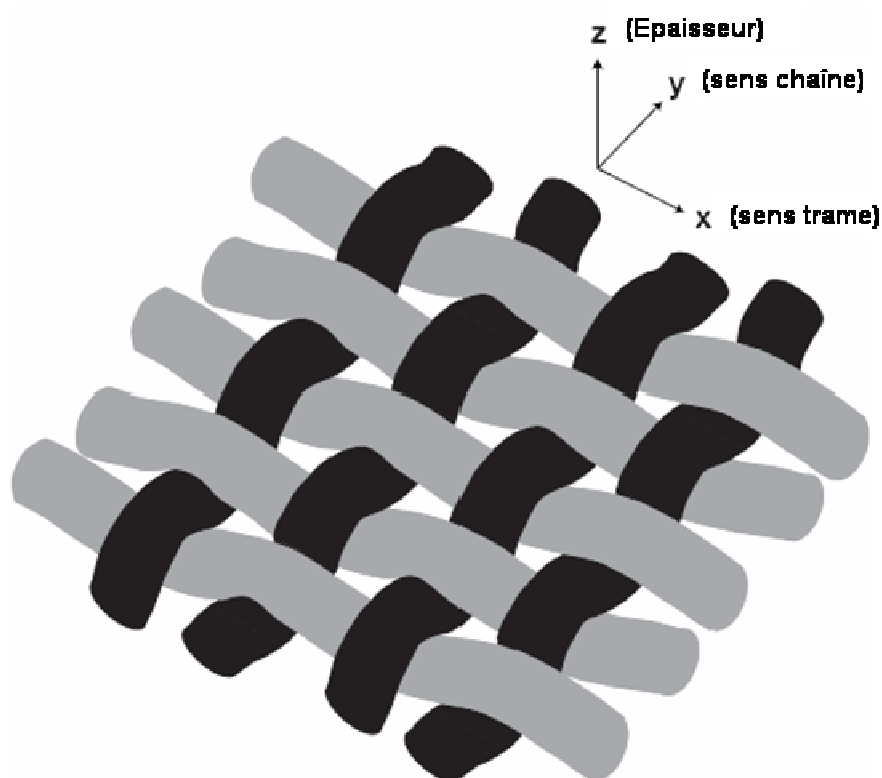


figureI.11 : Schéma d'un jersey obtenu à partir d'un fil dont le moment de torsion est nul (droite) et d'un jersey obtenu à partir d'un fil dont le moment de torsion est non nul (gauche)

[14]

Bueno [14] a mené une étude comparative entre deux tricots jersey conçus à partir des fils retors et d'un fil simple et elle a montré (*figureI.11*) que le moment de torsion d'un fil simple résultant de la cohésion nécessaire pour le maintien des fibres cause un changement de la symétrie de la maille ce qui n'est pas le cas du jersey obtenu à partir des fils retors dont le moment de torsion interne est nul (effet de retordage).

Vu la complexité de la forme géométrique du jersey, nous avons eu recours à une structure plane plus simple composé par un entrelacement perpendiculaire d'une nappe de fils de chaîne et d'une nappe de fils de trame dont les caractéristiques et les propriétés sont différentes. Il s'agit d'une toile en coton blanchi (*figureI.12*).



*figureI.12 : Représentation schématique d'un tissu toile [14]*

Deux éléments fondamentaux différencient la toile du jersey:

- Les fils dans la toile subissent une contrainte de flexion plane  $\{(Ox, Oz) ; (Oy, Oz)\}$  selon le sens de leurs entrecroisements, tandis que le fil dans le jersey est fléchi dans les trois directions de l'espace pour former une maille entretenue par ses voisines. Une étude comparative de l'effet du moment de torsion interne du fil sur la forme globale de la structure pourra être envisagée.

- La toile est composée de deux nappes indépendantes de fils perpendiculaires, les fils de chaîne et les fils de trame. L'équilibre mécanique de l'armure provient des flexions imposées par l'entrecroisement des fils pour former des ondulations mémorisées par l'état d'énergie interne minimale de la matière : c'est l'état relaxé. Ce qui implique que l'adhérence entre les fils impose une dépendance mécanique malgré la différence des propriétés.

La toile utilisée est composée d'une nappe de fils de chaîne composées de filés simple de fibres, dont le numéro 38,5, ayant subi une torsion Z de 1079 tours/m et d'une nappe perpendiculaire de fils de trame composés de filés simple de fibres, dont le numéro 30, ayant subi une torsion Z de 713 tours/m considérée nappe de fils de trame. Ces nappes ont des densités respectives de 24 fils/cm et de 22 fils/cm (*Tableau I.2*).

## **V. Conclusion**

Nous avons présenté, dans ce chapitre, une étude bibliographique sur les caractéristiques morphologiques des matériaux textiles à base de coton, cette étude permet de se familiariser avec les échantillons utilisés et de connaître les différentes variabilités qui peuvent exister aux différentes échelles d'étude. Nous avons commencé par présenter la composition chimique et structurelle des fibres de coton, ensuite nous avons présenté les étapes industrielles de leurs fabrications pour passer de l'état fibre à l'état étoffe prêt-à-porter. Enfin, nous avons présenté les caractéristiques morphologiques mesurables des échantillons que nous avons choisi pour le déroulement de nos expériences.

## *Chapitre 2*

---

*Influence de la teneur en eau sur  
les propriétés thermodynamiques  
des fibres textiles.*

## Chapitre 2

### Influence de la teneur en eau sur les propriétés thermodynamiques des fibres textiles.

I.	Propriétés physiques de l'eau .....	- 24 -
I-1.	La structure moléculaire de l'eau .....	- 24 -
I-2.	Caractéristiques physiques de l'eau pure .....	- 26 -
I-3.	Conditions à l'interface entre deux états purs de l'eau .....	- 27 -
II.	Etats de l'eau dans les matériaux textiles .....	- 28 -
III.	Le phénomène de sorption .....	- 29 -
III-1.	Les isothermes de sorption .....	- 29 -
III-2.	L'hystérésis de sorption .....	- 31 -
IV.	Le processus de transport de l'eau .....	- 32 -
IV-1.	La tension superficielle .....	- 32 -
IV-2.	Le coefficient de diffusion .....	- 33 -
V.	Propriétés mécaniques et thermodynamiques des fibres textiles .....	- 34 -
V-1.	Le processus de sorption dans les fibres textiles .....	- 35 -
V-2.	La déformation anisotrope des fibres textiles .....	- 36 -
V-3.	Influence de la variation de la teneur en eau sur quelques propriétés mécaniques .....	- 38 -
V-3-1.	<i>L'allongement</i> .....	- 39 -
V-3-2.	<i>La résistance à la torsion</i> .....	- 39 -
V-3-3.	<i>La résistance au pli</i> .....	- 40 -
V-3-4.	<i>Effet du temps sur les propriétés mécaniques</i> .....	- 40 -
VI.	Conclusion .....	- 41 -

Le transport de l'eau dans les matériaux textiles engendre une variation dimensionnelle qui dépend de la nature du matériau, de la teneur en eau initiale et des conditions climatiques. Nous nous proposons de présenter dans ce chapitre quelques variations générées par la pénétration de l'eau dans la structure supramoléculaire des fibres textiles. Une introduction sur les propriétés physico-chimiques de l'eau à l'état pure et l'eau dans les matériaux textiles sera présentée avant de rappeler quelques notions en relation avec le processus de sorption et ses principales lois.

## **I. Propriétés physiques de l'eau**

L'eau est un constituant absolument indispensable à la vie. Elle représente de 60 à 95% de la masse des cellules biologiques dans la nature. Les trois états de l'eau coexistent dans les conditions climatiques terrestres. Bien que l'état liquide soit le plus fréquent, nous signalons également l'existence de l'eau solide et de l'eau vapeur avec la proportion de 97% d'eau saline, 3% d'eau superficielle et potable (cours d'eau, lac, glacier, ...) et 0.001% de vapeur d'eau dans l'atmosphère [33].

Le rôle prépondérant de l'eau est dû à ses propriétés physiques et chimiques. Nous présenterons dans ce paragraphe les propriétés les plus intéressantes qui favorisent sa réaction et son transport au sein des milieux poreux.

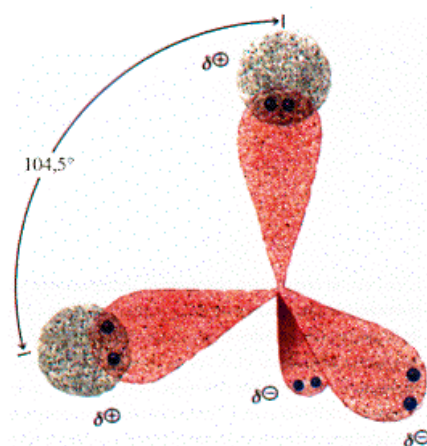
### ***I-1. La structure moléculaire de l'eau***

La configuration moléculaire de l'eau est composée d'un atome d'oxygène d'orbitale 2p et deux atomes d'hydrogène d'orbitale 1s. Pour constituer la molécule d'eau telle qu'elle se présente à l'état gazeux, une hybridation 2s—2p dans l'atome d'oxygène s'effectue pour former quatre nouvelles orbitales hybrides  $sp^3$  (*figure II.1*).

Les orbitales électroniques dessinent un tétraèdre légèrement déformé dont l'atome d'oxygène occupe le centre et les atomes d'hydrogène deux sommets. L'angle H—O—H vaut  $104^{\circ}5'$  contre  $109^{\circ}28'$  pour un tétraèdre régulier et la distance O—H de la liaison covalente est de  $0,96 \cdot 10^{-10}$  m [27]. Sur les six électrons appartenant à la couche externe (L) de l'oxygène, deux sont engagés dans des liaisons covalentes avec les hydrogènes, et les nuages électroniques correspondant aux deux paires d'électrons non liées forment des bras dirigés vers les deux autres sommets. Comme l'oxygène est plus électronégatif que l'hydrogène, alors il attire davantage les électrons. Il se crée ainsi une dissymétrie dans la distribution des charges. Celle-ci peut se représenter schématiquement par deux charges ponctuelles positives à

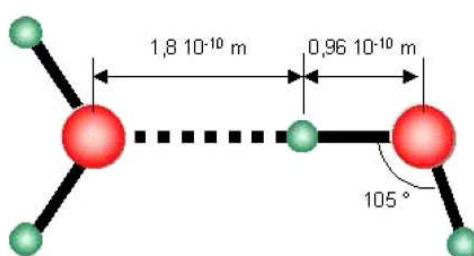


l'endroit des atomes d'hydrogène et deux charges négatives correspondant aux deux orbitales non liantes, ce qui crée un dipôle, électriquement neutre, au sein de la molécule d'eau de moment dipolaire  $6,1 \cdot 10^{-30}$  C.m.



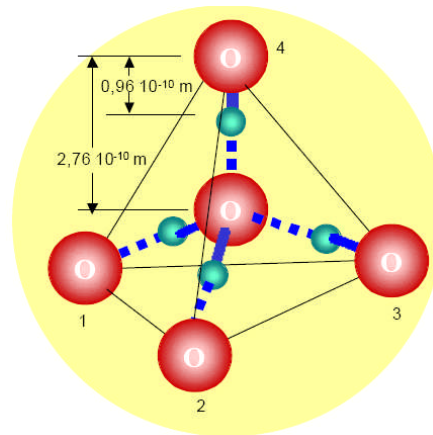
figureII.1 : Présentation de la forme des orbitales dans la molécule d'eau [33]

Cette disposition dipolaire de la molécule d'eau favorise l'établissement de liaisons hydrogène découlant de l'attraction qu'exerce l'atome d'oxygène sur les atomes d'hydrogène des molécules d'eau avoisinantes (figureII.2).



figureII.2 : Présentation schématique de la molécule d'eau et de la liaison hydrogène

La glace est formée d'un assemblage régulier de molécules d'eau qui utilisent chacune leurs deux possibilités d'établir des liaisons hydrogène. Chaque atome d'oxygène, considérée individuellement, se trouve situé au centre d'un tétraèdre dont les sommets sont occupés par quatre atomes d'oxygène (figureII.3). Il offre ses deux atomes d'hydrogène à deux de ses voisins et capte deux hydrogènes appartenant à ses deux autres voisins de manière à réaliser quatre ponts O—H---O de longueurs identiques égales à  $2,76 \cdot 10^{-10}$  m. Ainsi, l'arrangement compact des molécules d'eau peut être assimilé à des sphères de diamètres  $2,76 \cdot 10^{-10}$  m.

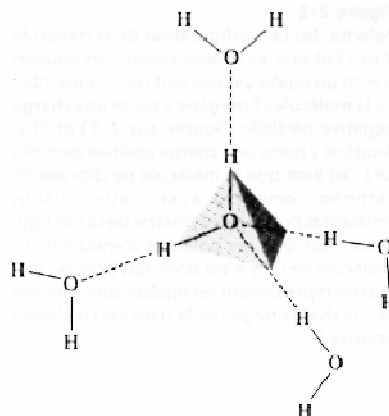


*figureII.3 : Assemblage élémentaire des molécules d'eau dans la glace. Les liaisons O—H covalentes sont représentées par des traits continus et les liaisons O---H hydrogène sont en traits interrompus*

La structure précise de l'eau à l'état liquide reste hypothétique. De nombreuses représentations ont été proposées [33]. Ils rendent compte plus ou moins bien des propriétés physiques de l'eau, notamment de la masse volumique et de la viscosité et de leurs variations en fonction de la température et de la pression.

### ***I-2. Caractéristiques physiques de l'eau pure***

Les différentes propriétés originales de l'eau découlent de la polarisation de la molécule et de l'attraction qu'exerce l'atome d'oxygène sur les atomes d'hydrogène des molécules d'eau avoisinantes en établissant des liaisons hydrogène. La molécule d'eau peut effectuer jusqu'à quatre liaisons hydrogène autour de chaque atome d'oxygène (*figureII.4*) pour se comporter comme un polymère ramifié dont la stabilité dépend de la colinéarité entre la liaison covalente de la molécule d'eau et la liaison hydrogène formée.



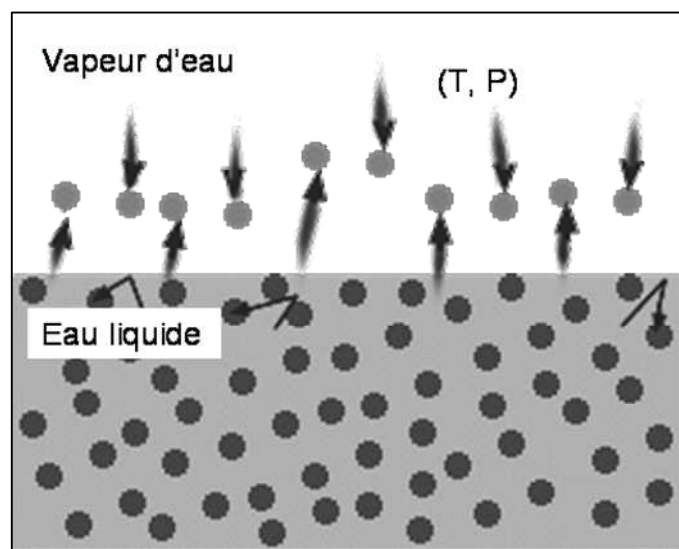
*figureII.4 : Présentation d'un état ramifié de la molécule d'eau*

Les propriétés physiques et chimiques de l'eau dépendent énormément de la température et la pression. En effet, les molécules d'eau sont en perpétuelle agitation, ce mouvement est moins important lorsque la température diminue et/ou la pression augmente favorisant ainsi la formation de plusieurs liaisons hydrogène [27]. Le changement d'état solide à l'état liquide et l'état gazeux se fait en rompant les liaisons hydrogène qui relient les molécules d'eau. Ce qui provoque un entassement moléculaire et une augmentation de la masse volumique ( $\rho_{\text{glace}} < \rho_{\text{liquide}}$ ) avec une absorption de la chaleur spécifique. Un dégagement de chaleur latente s'effectue lorsque les liaisons hydrogène se forment, marquant ainsi le passage de l'état gazeux à l'état liquide et l'état solide.

Dans la glace, aussi bien que dans l'eau liquide, toutes les molécules d'eau sont reliées entre elles par des liaisons hydrogène. A l'état liquide les molécules d'eau subissent une agitation résiduelle permettant aux liaisons hydrogène de se tordre. Tandis que dans la glace, les molécules d'eau forment un réseau cristallin stable.

### ***I-3. Conditions à l'interface entre deux états purs de l'eau***

De part l'équilibre liquide/gaz du diagramme de phase, l'eau liquide est en perpétuel échange de molécules avec l'atmosphère gazeuse environnante. En effet, à une température et une pression données, des molécules d'eau quittent le liquide pour passer dans l'atmosphère pendant que d'autres y reviennent (*figureII.5*). L'équilibre est établi si le nombre des molécules qui quittent la surface du liquide est égal au nombre de molécules qui en reviennent, c'est l'état de l'air saturée où la pression de vapeur d'eau est maximale [48].



*figureII.5 : Représentation schématique d'un état d'équilibre entre deux phases d'un corps pur*

Pour essayer d'atteindre cet état d'équilibre, le phénomène d'évaporation permet aux molécules d'eau de quitter le liquide pour passer à l'atmosphère environnante. Cet échange est conditionné par la vitesse d'agitation moléculaire de l'eau ; en effet, l'augmentation de la température et de la surface d'échange, la diminution de l'humidité relative environnante ainsi que l'ajout d'un effet convectif (ventilation) permettent d'accélérer la vitesse de migration des molécules. Ces caractéristiques sont utilisées à l'échelle du laboratoire pour maîtriser les conditions climatiques de l'air confiné à l'intérieur d'une enceinte fermée.

## II. Etats de l'eau dans les matériaux textiles

Le vêtement permet entre autre de pomper la sueur dégagée par l'être humain et de diffuser la vapeur d'eau à l'ambiance extérieure. Et, ceci dépend directement de la nature de la fibre et de son comportement vis-à-vis de l'eau. En effet, tous les polymères textiles possèdent des groupements réactifs qui fixent plus ou moins fortement les molécules d'eau. Le coton, formé essentiellement de cellulose, représente un caractère hydrophile à cause des trois groupements OH pour chaque élément glucose qui le constitue, ainsi les molécules d'eau peuvent se fixer par des liaisons hydrogène.

Lorsqu'on envoie de la vapeur d'eau sur une étoffe textile, les premières molécules sorbées vont se fixer directement sur les sites les plus réactifs des fibres qui le constituent pour former l'eau liée. Puis au fur et à mesure que tous les sites hydrophiles seront occupés, les molécules d'eau seront déposées à la surface extérieure de la fibre par des liaisons directes puis indirectes, dans ce cas les forces d'attraction vont diminuer, jusqu'à aboutir à une simple condensation de l'eau dans les micropores, puis dans les pores [7].

Ce qui montre que l'eau peut se trouver dans le matériau textile dans trois états différents :

- **L'eau chimiquement liée** : Elle est retenue par l'ossature solide grâce à des liaisons hydrogène directes.
- **L'eau adsorbée** : Il s'agit principalement des premières couches d'eau fixées par les forces de Van der Waals, au niveau des surfaces du milieu.
- **L'eau capillaire** : Cette eau est obtenue par condensation capillaire dans le volume poreux au delà de la couche adsorbée, elle est séparée de la phase gazeuse par des ménisques et elle obéit aux lois de la capillarité. Cette eau est susceptible de s'écouler.

La connaissance de la quantité d'eau stockée dans les matériaux textiles est importante pour l'estimation de certaines propriétés physiques en relation avec le comportement des matériaux textiles vis-à-vis de la variation des conditions climatiques durant le cycle de fabrication, le stockage et/ou l'entretien.

### **III. Le phénomène de sorption**

Le processus de sorption concerne la fixation ou la libération des molécules d'eau liées à la surface du matériau, la notion de surface englobe non seulement la surface externe, mais aussi toutes les surfaces des pores qui le constituent.

La fixation des molécules de vapeur d'eau [22] se fait soit :

- D'une manière réversible à l'aide des liaisons de faible intensité, généralement de type de van der Waals, c'est le cas de la physisorption qui s'accompagne d'un faible dégagement de chaleur sans changement violent ou structurel de la morphologie.
- D'une manière irréversible à l'aide des liaisons de grandes intensités tel que les liaisons covalentes, c'est le cas de la chimisorption qui est caractérisée par un potentiel de sorption assez élevé approchant les valeurs d'une réaction chimique.

#### ***III-1. Les isothermes de sorption***

La courbe représentant, pour une température  $T$  donnée, la teneur en eau d'un produit en fonction de la valeur de l'activité de l'eau  $a_w$  ou de l'humidité relative  $HR$  de l'air en équilibre est appelée :

- **Isotherme d'adsorption** si elle a été déterminée expérimentalement en partant d'un produit sec.
- **Isotherme de désorption** si elle a été déterminée expérimentalement en partant d'un produit saturé en humidité.

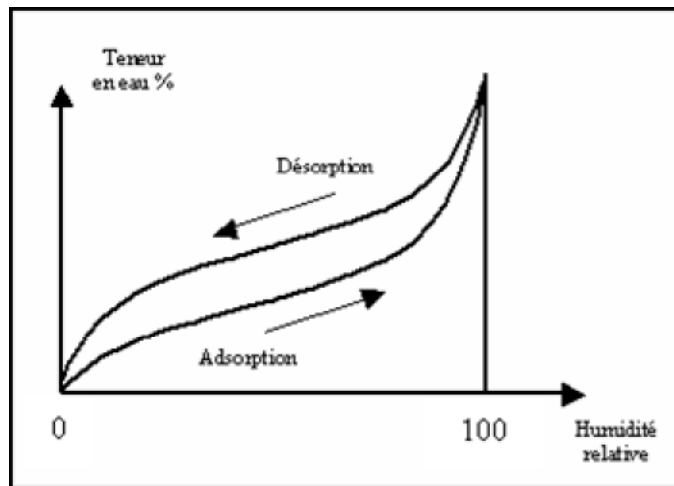


figure II.6 : L'isotherme d'adsorption et l'isotherme de désorption [22]

Nous notons que l'activité de l'eau dans un produit [28] est le rapport entre la pression de vapeur d'eau  $P_v$  à la surface du produit et la pression de vapeur saturante d'eau pure  $P_{vs}(T)$  à la température  $T$  de l'ambiance.

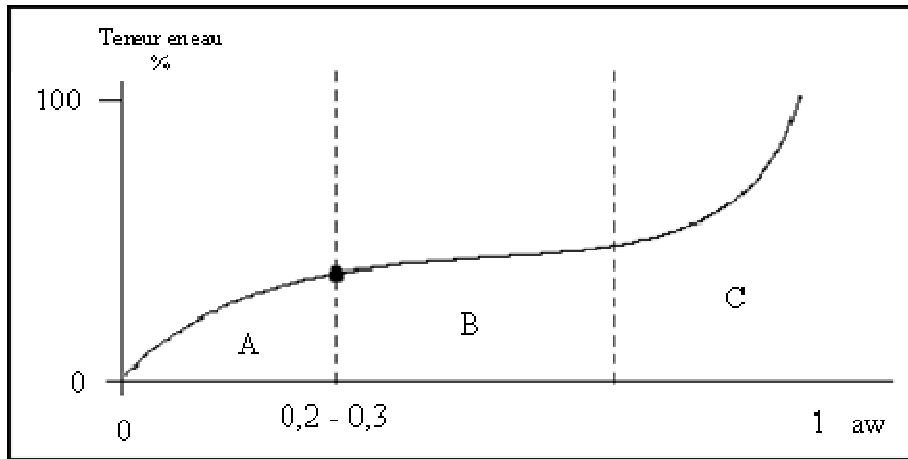
$$a_w = \frac{P_v}{P_{vs}(T)} \quad II.1$$

A l'équilibre, nous avons

$$a_w(T_{eq}) = \frac{HR}{100} \quad II.2$$

Pour chaque valeur d'humidité, l'isotherme de sorption à une température donnée indique la teneur en eau à l'équilibre du produit. Toute modification de la qualité ou de la composition du matériau entraîne une modification de ses isothermes de sorption. De part la complexité des phénomènes, les isothermes de sorption ne peuvent pas être calculées facilement à l'avance, mais elles doivent être établies expérimentalement pour chaque produit.

Les isothermes d'adsorption et les isothermes de désorption se présentent sous forme de 'S' plus ou moins marquée par la présence de deux points d'inflexion qui permettent de délimiter trois zones plus ou moins nettes (*figure I.3*), dont chacune correspond à un mode de fixation particulier de l'eau sur le produit :

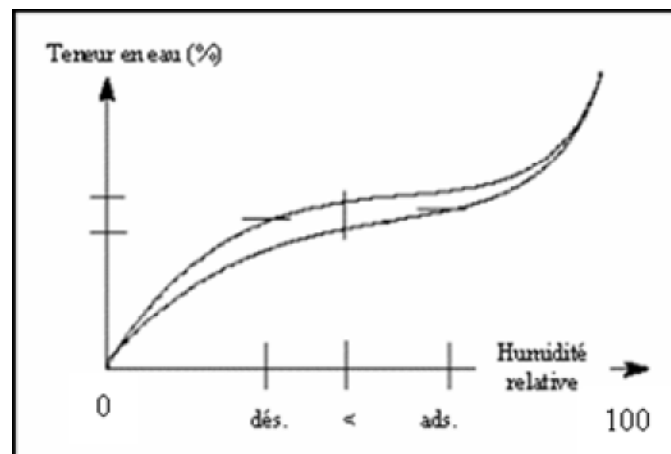


figureII.7 : L'allure d'une isotherme de sorption

- **Zone A** : cette zone caractérise l'adsorption des molécules d'eau qui constituent la première couche recouvrant toute la surface du matériau. Le passage à la zone suivante s'effectue quand la monocouche est saturée.
- **Zone B** : la courbe dans cette zone est linéaire, elle représente l'adsorption des molécules d'eau sur la monocouche, donc elle caractérise l'eau faiblement liée.
- **Zone C** : cette zone caractérise l'eau libre apte à se déplacer par capillarité dans les micro-pores du matériau à l'équilibre.

### III-2. L'hystérésis de sorption

Pour un même matériau poreux, et pour une teneur en eau constante, on constate que la pression de vapeur d'équilibre de désorption est inférieure à la pression de vapeur d'équilibre d'adsorption. Ceci implique qu'il existe des modifications irréversibles dans la structure du produit qui accompagnent ces phénomènes et engendrent une hystérésis de sorption dépendante de l'histoire hydrique du matériau [22].

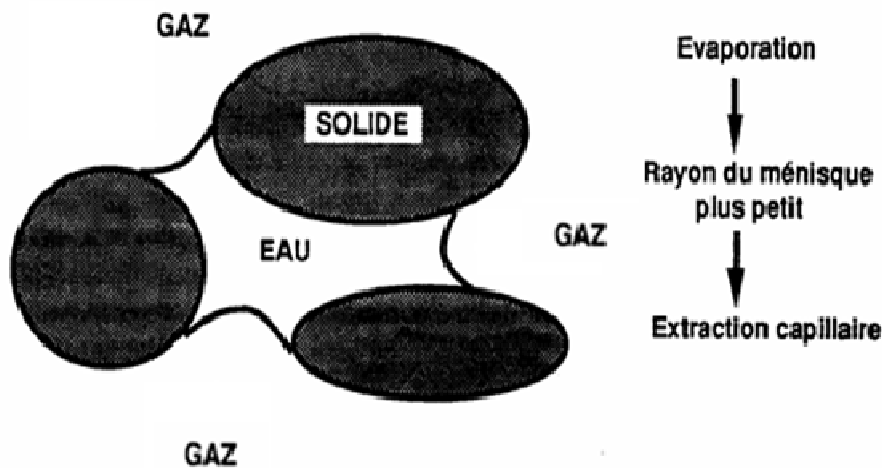


figureII.8 : L'hystérésis de sorption

La présence des phénomènes d'hystérésis est normalement liée à l'existence des cavités microscopiques au sein du solide. Cette hystérésis dépend de l'arrangement stéréochimique du matériau et de son histoire hydrique, sa valeur est autant importante que le pourcentage de cristallinité est faible.

#### IV. Le processus de transport de l'eau

L'eau cherche toujours à équilibrer sa répartition dans le milieu poreux, en se déplaçant des zones les plus concentrées en humidité vers celles les moins concentrées. En fait, lors de l'humidification ou du mouillage, l'eau capillaire commence par remplir les micropores, tandis que lors du séchage, les macro pores seront vidés en priorité [44]. Nous nous proposons, dans la suite, de définir certaines notions en rapport avec le processus de transport de l'eau pour l'obtention de l'équilibre interne.



figureII.9 : Principe de la migration capillaire [44]

##### IV-1. La tension superficielle

Si deux phases ne sont pas miscibles, il existe entre-elles une différence de pression fonction du rayon de courbure de l'interface, appelée pression capillaire  $P_c$  exprimée par :

$$P_c = P_{liquide} - P_{gaz} \quad II.3$$

D'après la loi de Laplace [7], la différence de pression résultante à l'interface entre deux fluides immiscibles s'exprime en fonction de la tension de surface  $\sigma(T)$  du couple air- eau, et des rayons de courbures principaux  $R_1$  et  $R_2$  de l'interface, cette courbure est le résultat



conjoint de la morphologie des pores et de l'angle de mouillage  $\alpha$  défini par la tangente entre la phase solide et l'interface au point de contact fluide- solide.

$$P_c = \sigma \cos(\alpha) \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad II.4$$

Si la phase liquide est parfaitement mouillante ( $\cos(\alpha) = 1$ ) et les capillaires ont des formes parfaitement cylindrique  $R_1 = R_2 = r$ , la pression capillaire prend alors une forme simple :

$$P_c = \frac{2\sigma}{r} \quad II.5$$

En considérant que la vapeur d'eau est un gaz parfait, la combinaison de la loi de Laplace et de la loi d'Arrhénius permet d'avoir une expression très intéressante reliant le rayon des capillaires saturés à la pression de vapeur [44].

$$\ln \left[ \frac{P_v}{P_{vs}} \right] = - \frac{2\sigma}{r} \frac{M_v}{\rho_l RT} \quad II.6$$

Avec

- $P_v$  : Pression de vapeur d'eau
- $P_{vs}$  : Pression de vapeur d'eau saturante
- $R$  : Constante des gaz parfaits
- $T$  : Température
- $\rho_l$  : Masse volumique de l'eau
- $M_v$  : Masse molaire de vapeur d'eau

#### **IV-2. Le coefficient de diffusion**

La diffusion désigne le processus de transport d'un constituant dans un milieu donné sous l'effet de son agitation moléculaire. S'il existe une différence de concentration entre deux points du milieu, ce phénomène engendre un transport global, de la zone où la concentration est élevée, vers la zone où elle est plus faible.

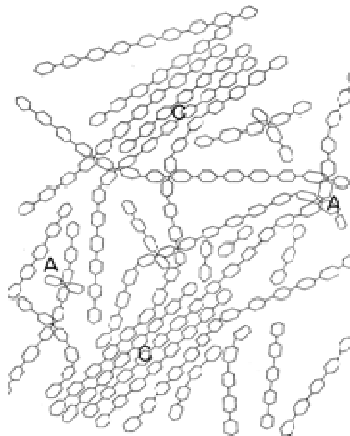
La théorie de diffusion [1] a été développée par Fick en 1855, elle exprime une proportionnalité entre la densité du flux d'un constituant traversant une unité de surface  $\vec{J}_v$  et le gradient de concentration en ce constituant  $\vec{\nabla}C$ , le coefficient de proportionnalité  $D$  est le coefficient de diffusion :

$$\vec{J}_v = -D\vec{\nabla}C \quad II.7$$

## V. Propriétés mécaniques et thermodynamiques des fibres textiles

Nous présentons dans ce paragraphe un bref aperçu sur la structure microscopique de la fibre de coton, en la considérant, comme toutes les fibres textiles, composées d'un mélange intime des composants cristallins et amorphes; et de définir les propriétés physiques attribuées à leurs coexistences dans la fibre.

Il y a un nombre infini de possibilité pour l'arrangement des chaînes moléculaires dans les fibres textiles. Il est toute fois possible de distinguer deux cas limites idéales : Le premier correspond à un agrégat amorphe, de chaînes irrégulièrement repliées et orientées au hasard pour prendre éventuellement des formes noueuses. Le deuxième est un état d'ordre et d'orientation parfait, offrant à toutes les chaînes une structure droite et parallèle formant un réseau spatial régulier suivant trois dimensions, c'est l'état cristallin de la cellulose. Nous notons qu'il n'y a aucun rapport fixe entre les dimensions des zones cristallines et la longueur des chaînes moléculaires, puisqu'une même chaîne peut prendre part de plusieurs régions cristallines et amorphes en même temps [25].



*figureII.10 : Représentation schématique d'une fibre de coton montrant les régions cristalline(C) et les régions amorphes (A) [25]*

Les régions de désordre moléculaire permettent à la matière d'être flexible, de se froisser après repassage, de reprendre la forme initiale après fluage et de réagir dans la teinture et les autres traitements d'ennoblissement. D'où l'importance de savoir l'influence de ces perturbations moléculaires sur quelques propriétés physiques au moment de la réaction avec les molécules d'eau, en notant l'influence de certaines propriétés mécaniques et leurs dépendances du temps. Nous expliquerons ces relations avec des considérations physico chimiques du matériau tout en gardant les informations requises sur sa forme et ses propriétés générales.

### V-1. *Le processus de sorption dans les fibres textiles*

Les courbes représentant, pour une température donnée, la teneur en eau emmagasinée dans les fibres textiles en fonction de l'humidité relative ambiante ont souvent la forme sigmoïdale indiquée dans la figure II.11 pour marquer l'existence de trois zones nettes de sorption. Des considérations thermodynamiques et chimiques de la structure moléculaire des fibres ont été envisagées pour expliquer l'allure de ces courbes.

Peirce en 1929 [25], a largement étudié le phénomène de sorption de la vapeur d'eau dans la cellulose du coton et il a considéré l'existence de deux phases essentielles de sorption en fonction du type de liaison de l'eau avec la matière. Il les a dénommé la zone de l'eau fortement liée et la zone de l'eau faiblement liée. En 1946, Hailwood et Horrobin [53] se sont basés sur des considérations thermodynamiques plus rigoureuses pour expliquer la réaction de l'eau avec la matière pendant les phases d'adsorption. Ils ont considéré que l'adsorption monocouche est une liaison directe entre les molécules d'eau et les groupes réactifs de la cellulose, et qu'au fur et à mesure que les groupes hydroxyles sont saturés, les couches d'eau se superposent et la liaison avec la matière devient de plus en plus faible jusqu'à avoir une simple condensation capillaire. Cette interprétation a été adoptée pour le cas des fibres de laine, coton, nylon, viscose et soie.

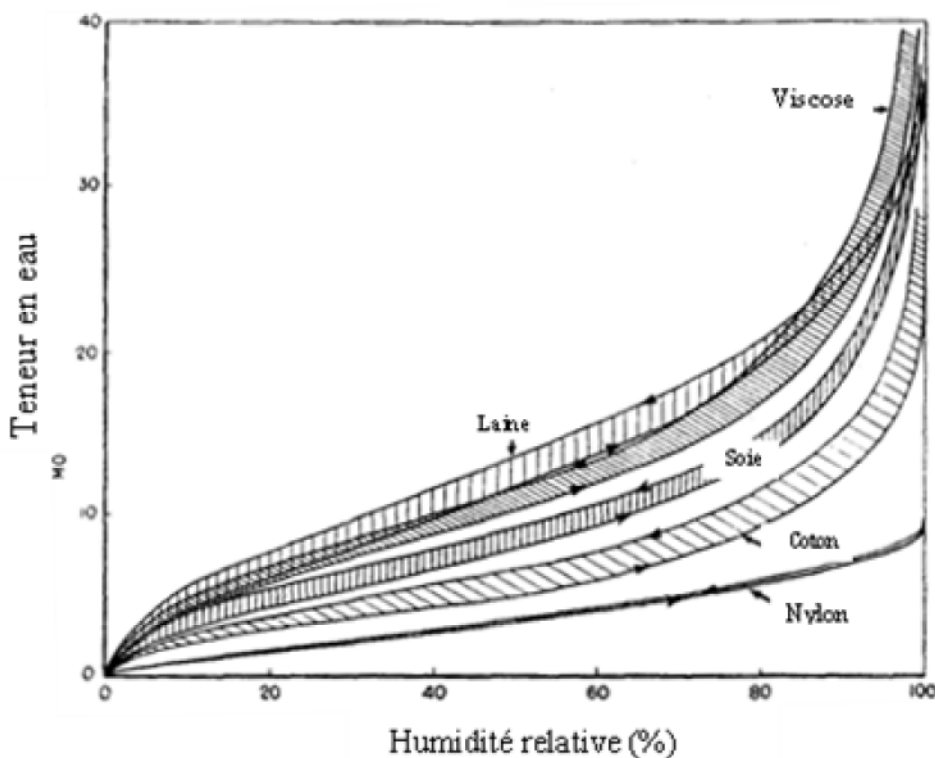


figure II.11 : Les isothermes de sorption de quelques fibres textiles

La relation entre le taux d'adsorption respectif à chaque fibre et son degré de cristallinité est à la base de la suggestion de Hailwood et Horrobin qui considère que l'adsorption de l'eau est effectuée surtout dans les zones amorphes des fibres et que les zones cristallines restent hydrophobes. Une vérification de cette hypothèse a été effectuée à l'aide d'une étude d'identification de l'emplacement des molécules d'eau dans la structure de cellulose par diffraction des rayons X. Cette étude a montré que le réseau unitaire de la cellulose cristalline se déforme au moment de l'adsorption de l'eau pour passer de  $7,33\text{\AA}$  à  $7,73\text{\AA}$  [53]. Ce qui implique que bien que la majorité de l'eau soit adsorbée dans les régions amorphes, les régions cristallines adsorbent également quelques molécules.

Le changement structurel de la fibre au moment de l'adsorption provoque un meilleur arrangement des chaînes cellulosiques pour trouver un état homogène entre les zones cristallines et les zones amorphes. Une hystérésis, varie de 0,1 à 2% en fonction de la nature de la fibre, apparaît au moment de la désorption pour exprimer l'effet de l'histoire hydrique sur la conformation des clusters de molécules d'eau condensés à l'intérieur des fibres. Cette hystérésis est plus visible pour les fibres dont le pourcentage des zones amorphes est plus important.

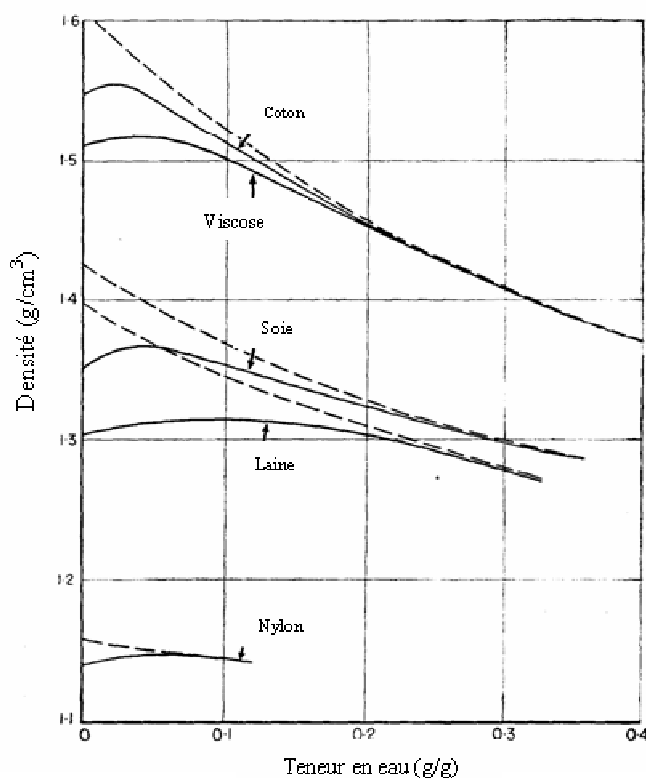
### V-2. *La déformation anisotrope des fibres textiles*

Le processus de sorption de l'eau engendre le gonflement des fibres et génère un changement axial et transversal de leurs dimensions causé par la pénétration du liquide dans les trous et les vacuoles microscopiques. La stabilité du réseau moléculaire, dans l'eau, qui peut se déformer sans se dissocier, impose aux fibres textiles une valeur limite de gonflement (*TableauII.1*).

Les fibres	Gonflement longitudinal	Gonflement radial
Coton	1,2%	14%
Nylon	1,2%	5%
Laine	1,2%	16%
soie	1,7%	18,7%
Viscose	3-5%	26%

*TableauII.1 : Anisotropie de déformation des fibres textiles*

La valeur de gonflement dépend du pourcentage des zones amorphes du matériau et du nombre des groupes réactionnels existant dans les différentes fibres. L'anisotropie de gonflement provient de l'orientation privilégiée dans la direction axiale des parties cristallines.



figureII.12 : Evolution de la densité en fonction de la teneur en eau [53]

La figureII.12 et la figureII.13 sont extraites d'une étude approfondie faite par Meredith R. en 1949 [53]. Il a étudié l'influence de la pénétration des molécules d'eau dans la structure supramoléculaire de quelques fibres textiles et les changements dimensionnels occasionnés. En fait, l'auteur a effectué des mesures expérimentales de la densité et du volume sur les fibres de coton, de viscose, de laine, de soie et de nylon dans un bain d'eau pure et dans un bain de liquide non mouillant (cas de toluène) et il a représenté l'évolution de ces deux grandeurs physiques caractéristiques des fibres en fonction de leur teneur en eau. Nous notons que les courbes en traits continus représentent les résultats trouvés dans le liquide non mouillant et les traits interrompus représentent les résultats trouvés dans un bain d'eau pure.

La figureII.12 montre qu'au début de l'adsorption les premières molécules ne causent pas de gonflement pour toutes les fibres étudiées, ensuite, la densité décroît en fonction de la teneur en eau. Etant donné que la densité est proportionnelle à la variation de la masse par rapport au volume, l'écart de densité entre les deux liquides, pour les faibles humidités, pourrait être expliqué par l'existence d'une quantité d'eau adsorbée non influente sur le volumique. Scholefield [53] a expliqué ce phénomène par le remplissage de l'espace poreux, initialement vide, à l'intérieur des fibres par les premières molécules d'eau adsorbées.

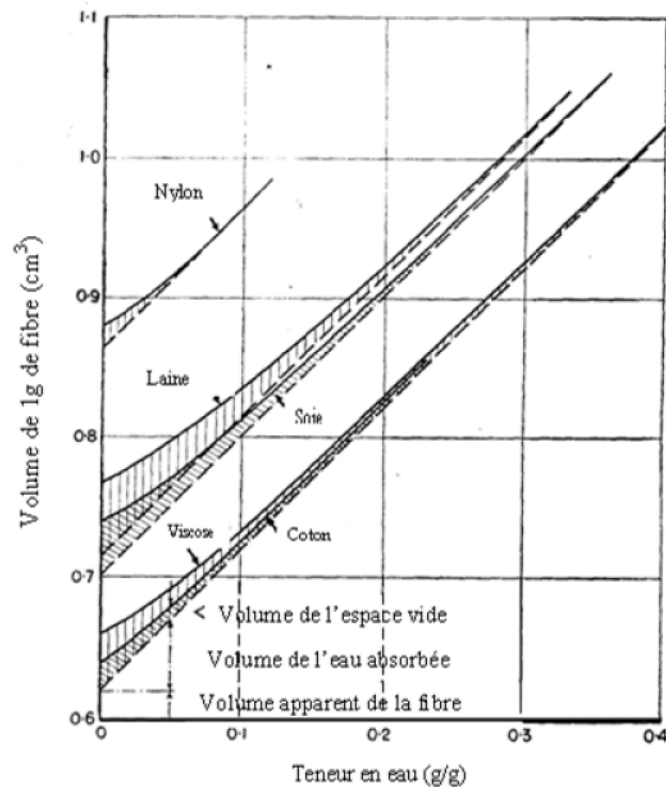


figure II.13 : Evolution du volume des fibres en fonction de la teneur en eau [53]

La figure II.13 montre l'évolution du volume d'un gramme de fibre en fonction de la teneur en eau. Les courbes de toutes les fibres étudiées montrent une allure asymptotique selon la première bissectrice de l'échelle (45°) pour les valeurs élevées d'humidité. Ce qui implique que le volume des fibres augmente, selon des proportions égales à leur teneur en eau adsorbée, dès que tous les espaces poreux à l'intérieur des fibres sont remplis, d'où le retard de gonflement volumique aux faibles humidités.

Des modèles empiriques ont été proposés pour exprimer la variation de la masse volumique de la fibre en fonction de son taux de reprise. Nordon [41], en 1964, a étudié le phénomène de sorption des fibres de laine et a proposé la relation suivante :

$$\rho_f = 1304 + 2611M_f - 1621M_f^2 + 1495M_f^3 \quad II.8$$

### V-3. Influence de la variation de la teneur en eau sur quelques propriétés mécaniques

Le phénomène d'adsorption/désorption cause un changement dans la structure et la composition chimique des fibres textiles. Ce qui génère une variation de leurs propriétés dimensionnelles et une dégradation dans leurs comportements mécaniques. Nous

présenterons dans ce paragraphe l'évolution de la traction, la torsion et la flexion en fonction de la teneur en eau pour des cycles continus d'adsorption/désorption de vapeur d'eau.

### *V-3-1. L'allongement*

Les propriétés mécaniques des fibres dépendent énormément de leur pourcentage de cristallinité. En général, l'allongement des fibres est contrôlé par la longueur, l'orientation et la configuration des chaînes moléculaires ainsi que le nombre des liaisons chimiques et la quantité d'énergie qui les assemble dans les régions amorphes.

Une description du phénomène d'allongement effectuée par Morton [25] a montré que lorsqu'une force faible est appliquée sur les fibres, une extension aura lieu pour assurer une réorientation plus stable des molécules dans les zones non cristallines en fonction de leur nouvel état structurel. Cet allongement, appartenant au comportement élastique, est complètement récupéré dès l'annulation de la contrainte. Au dessus de la limite élastique de la fibre, l'allongement des chaînes moléculaires cause une rupture des liaisons de faible énergie pour assurer un réarrangement résiduel lors de l'annulation de l'effort indiquant un comportement plastique des fibres.

L'orientation des chaînes moléculaires de la cellulose en forme spirale par rapport à l'axe de la fibre, offre au coton un taux d'allongement à la rupture très élevé. Les longues chaînes moléculaires appartenant simultanément à des régions amorphes et des régions cristallines causent des points de faiblesse et provoquent la rupture des fibres.

L'augmentation de l'humidité relative assure un allongement à la rupture croissant pour le cas du coton et décroissant pour le cas des fibres protéiniques, artificielles et synthétiques. En effet, la fixation des molécules d'eau dans les zones amorphes permet de renforcer les longues chaînes moléculaires reliées aux zones cristallines assurant ainsi une distribution uniforme des efforts internes. Par contre, dans le cas des fibres protéiniques, artificiels et synthétiques, les molécules d'eau adsorbées, à l'intérieur des fibres, réduisent la cohésion latérale dont la rigidité dépend.

### *V-3-2. La résistance à la torsion*

L'orientation angulaire des chaînes moléculaires et l'énergie des forces latérales qui les maintient sont les facteurs les plus importants qui gèrent la résistance des fibres textiles à la torsion. En effet, plus l'orientation moléculaire par rapport à l'axe de la fibre est observée plus la vitesse de diminution de la résistance à la torsion par rapport au module de Young est importante.

L'adsorption de vapeur d'eau a une large influence sur la résistance à la torsion. Peirce et Speakman [53] ont étudié l'évolution du module relatif de la résistance à la torsion définie par le rapport entre le module de la fibre humide et le module de la fibre sèche par rapport à la teneur en eau dans le cas de la fibre de coton et la fibre de laine. Ils ont montré que la pente de diminution de la résistance à la torsion du coton est plus importante que celle de la laine. En effet, les premières molécules d'eau adsorbées par la fibre de laine, à l'aide des liaisons hydrogène, permettent d'assurer une meilleure cohésion latérale de la kératine avec d'autres groupes peptidiques voisins.

### *V-3-3. La résistance au pli*

La résistance au pli des fibres textiles est une autre propriété qui dépend essentiellement de l'arrangement structurel des zones amorphes, elle indique l'aptitude d'une étoffe à faire disparaître les plis marqués par le froissement sous l'effet d'une contrainte. En effet, un haut degré d'orientation moléculaire et/ou un pourcentage de cristallinité élevé réduit la résistance à la pliure.

Meredith R. [53] a effectué une étude comparative entre la résistance à la pliure des fibres cellulosiques et des fibres protéiniques et il a montré que la composition supramoléculaire des chaînes polypeptidiques offre une meilleure résistance au pli que celle des chaînes cellulosiques. En effet, la cohésion moléculaire entre les chaînes cellulosiques est effectuée à l'aide des liaisons hydrogène et des liaisons de van der Waals, alors que les fibres protéiniques sont composées de grilles en chaînes polypeptidiques maintenues par des liaisons chimiques primaires de grande énergie ce qui leurs confèrent une flexibilité plus importante.

### *V-3-4. Effet du temps sur les propriétés mécaniques*

Toutes les propriétés mécaniques discutées ci-dessus sont influencées par la valeur de la charge appliquée et sa durée. Les déformations complètement récupérées, lors de l'annulation de la charge, sont appelées déformations élastiques, et celles qui garde un résidu dépendant du temps, sont appelées déformations plastiques. [53].

La relaxation dépend essentiellement de la reconstitution des liaisons secondaires de faibles énergies dans les régions amorphes. Pour la plupart des fibres textiles, l'augmentation de l'allongement, à une charge constante, est globalement proportionnelle au logarithme du temps.



## **VI. Conclusion**

La pénétration de l'eau dans la structure moléculaire des fibres textiles occasionne un changement de leurs caractéristiques physiques, morphologiques et dimensionnelles. Une étude bibliographique portant sur l'influence de la variation de la teneur en eau sur quelques propriétés mécaniques à l'échelle microscopique a été effectuée. La structure supramoléculaire des fibres textiles étudiées était à la base des interprétations considérées. Le processus de sorption et les phénomènes associés ont été évoqués suite à une introduction sur les propriétés physicochimiques de l'eau dans tous ses états.

## *Chapitre 3*

---

*Mesure des cinétiques  
et des isothermes de sorption  
par le dispositif de la balance  
à suspension magnétique.*

## Chapitre 3

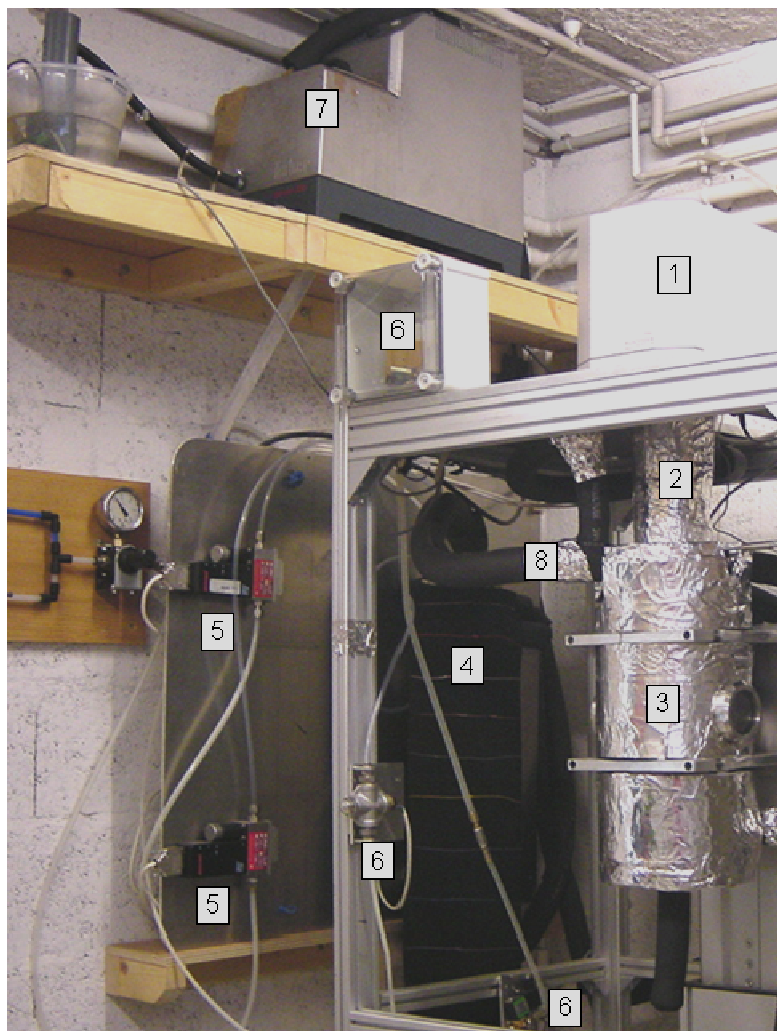
### Mesure des cinétiques et des isothermes de sorption par le dispositif de la balance à suspension magnétique.

I.	Le dispositif expérimental .....	- 44 -
I-1.	La balance à suspension magnétique .....	- 45 -
I-2.	Un générateur d'air humide .....	- 46 -
I-3.	Une chambre de mesure .....	- 47 -
I-4.	Une unité d'acquisition .....	- 48 -
II.	Les réglages et les expériences préliminaires.....	- 49 -
II-1.	Etude de la stabilité et de la précision de la balance .....	- 49 -
II-1-1.	<i>Fréquence de tarage</i> .....	- 49 -
II-1-2.	<i>Précision de la balance</i> .....	- 51 -
II-1-3.	<i>Etude de la stabilité des cinétiques de sorption</i> .....	- 52 -
II-2.	Efficacité des mesures de l'humidité relative .....	- 52 -
II-3.	Etude de la stabilité de la température .....	- 56 -
III.	Etude du phénomène de sorption .....	- 58 -
IV.	Conclusion .....	- 63 -

Nous nous proposons de présenter, dans ce chapitre, le dispositif de mesure des cinétiques et des isothermes de sorption de la vapeur d'eau. Les différentes caractéristiques des éléments du dispositif expérimental, leurs performances et leurs degrés de précisions seront étudiés afin de déterminer le protocole expérimental optimal. Les cinétiques et les isothermes de sorption du tricot Jersey et des fils défilés de leur structure seront mesurées et comparées à deux températures différentes.

## I. Le dispositif expérimental

Le dispositif utilisé (*figureIII.1*) est composé essentiellement d'une balance à suspension magnétique pour la mesure du poids, un thermocryostat pour la régulation de la température et deux contrôleurs de débit et un saturateur pour le contrôle de l'humidité relative.



*figureIII.1 : Photo du dispositif expérimental en position de mesure. 1 : balance, 2 : unité de suspension magnétique, 3 : enceinte à double parois renfermant la chambre de mesure, 4 : saturateur à double parois, 5 : contrôleurs de débit, 6 : contrôle du niveau d'eau dans le saturateur (capteur, électrovanne, commande électronique), 7 : thermocryostat, 8 : circulation thermostatée de l'air humide*

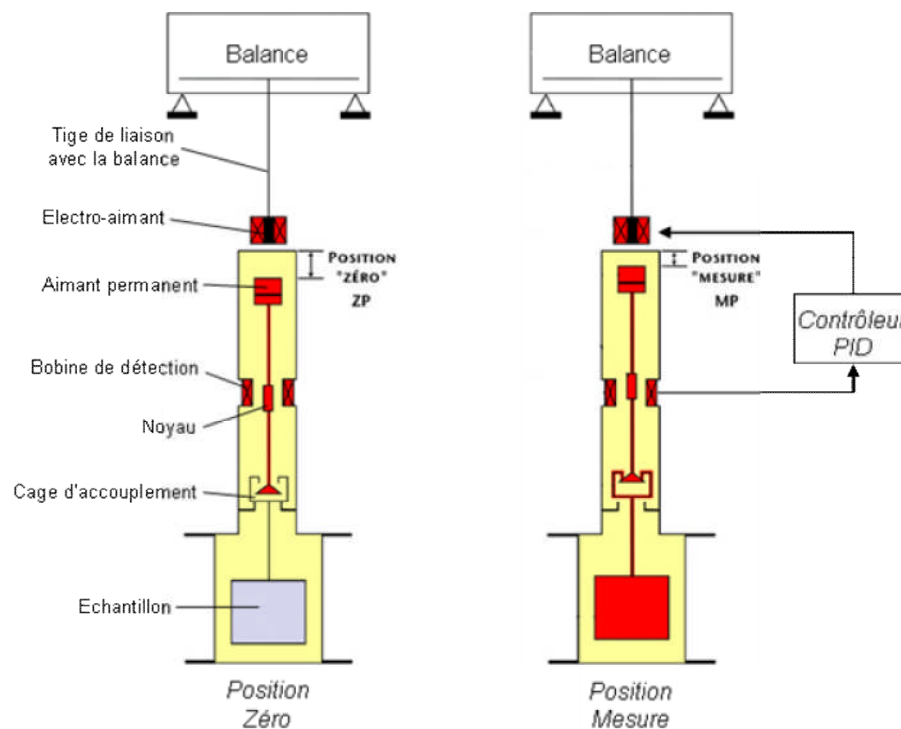
### I-1. La balance à suspension magnétique

La balance à suspension magnétique permet de mesurer avec une grande précision la masse d'un échantillon suspendu par effet magnétique (un aimant permanent et un électroaimant asservi) dans une ambiance contrôlée en température, pression et humidité relative. La masse maximale pesée par la balance est de 80 g avec une précision de  $10^{-5}$  g [21].

L'échantillon est fixé à un crochet suspendu à la partie inférieure de l'aimant. Deux positions particulières de la suspension magnétique peuvent être repérées (*figureIII.2*):

- **Position Zéro "ZP"** : le mobile magnétique est suffisamment bas pour que l'échantillon soit découplé de la balance, cette configuration correspond à une balance non chargée, et permet le tarage et l'étalonnage.
- **Position Mesure "MP"** : le mobile magnétique est dans une position plus haute qui permet de soulever l'échantillon par l'intermédiaire de la cage d'accouplement, la balance indique la masse de l'échantillon mesurée.

Le basculement entre le mode "ZP" et le mode "MP" est effectué par commande électronique externe. Il permet d'assurer des tarages réguliers de la balance pour annuler les dérives sans toucher aux conditions expérimentales, ce qui favorise des longues acquisitions sans perte de précision.

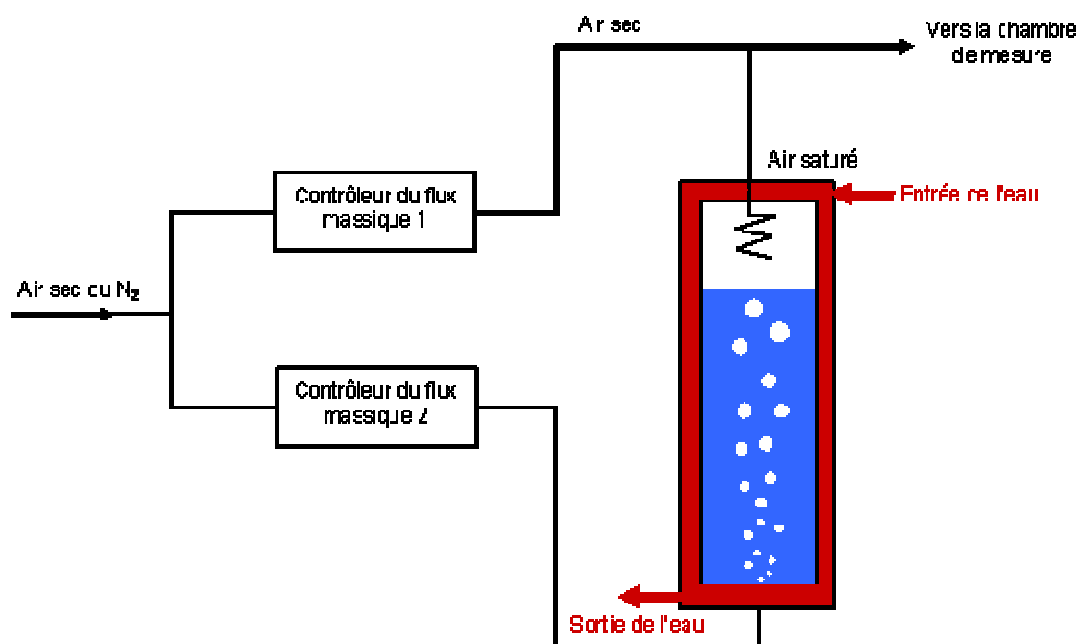


*figureIII.2 : Représentation schématique de la balance à suspension magnétique*

L'électroaimant de la balance est situé au dessus de la chambre de mesure. Ceci permet d'isoler complètement la chambre de mesure de la balance : le niveau de température, de pression et d'humidité relative dans cette chambre ne perturbe donc pas la pesée. Par ailleurs, la chambre de mesure peut être isotherme, ce qui évite les problèmes de condensation. La variation de la masse est transmise au module d'affichage de façon similaire à toute balance électronique. Un régulateur PID assure le positionnement du noyau par rapport à la bobine de détection par l'intermédiaire d'un système électromagnétique.

### I-2. Un générateur d'air humide

L'humidité relative est contrôlée par mélange d'air sec et d'air saturé selon des proportions contrôlées à l'aide de deux contrôleurs de débit massique. Une double enceinte cylindrique de diamètre 110 mm/180 mm et de hauteur 835 mm a été dimensionnée et réalisée en acier inoxydable pour assurer la saturation de l'air par barbotage dans l'eau. La circulation de l'eau d'un thermocryostat régulé à la température de mesure dans le générateur d'humidité et dans le tube conduisant l'air humide permet d'assurer le maintien des conditions isothermes dans le banc d'essai. Les flux d'air sec et d'air saturé sont mélangés à la sortie du saturateur selon des proportions contrôlées à l'aide de deux contrôleurs de débit massique à commande électronique "Brook Smart Mass Flow Meters Modèle 5836S" ayant une capacité maximale de 1000 ml/mn.



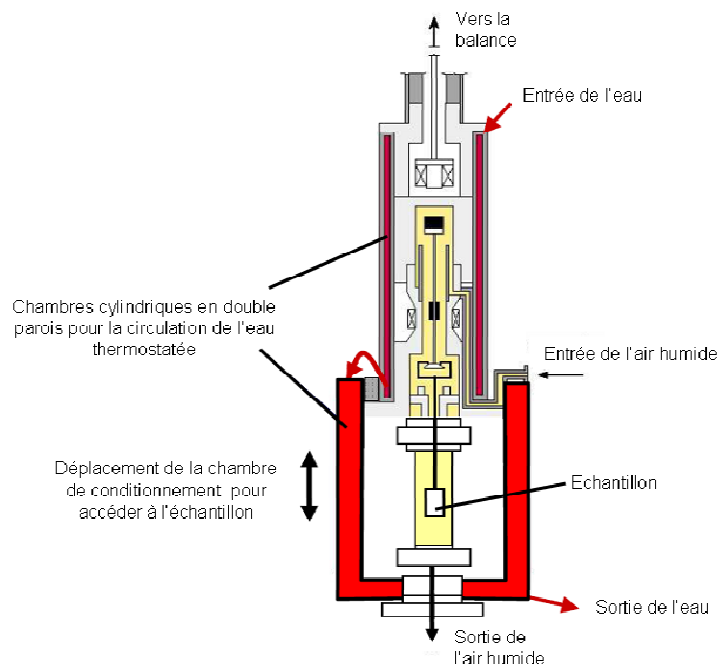
figureIII.3 : Principe de fonctionnement du générateur d'air humide : l'air humide est un mélange de proportions d'air sec et d'air saturé

L'électrovanne qui alimente le saturateur par l'eau du thermocryostat est commandée à l'aide d'un circuit électronique développé au laboratoire en se basant sur le signal donné par un capteur de niveau installé dans un montage en communication avec le saturateur selon le principe des vases communicants, ce qui assure une quantité d'eau fixe tout en gardant l'équilibre thermique du système.

Les contrôleurs de débit sont alimentés à l'aide d'un air comprimé déshydraté (Point de rosé =  $-30^{\circ}\text{C}$ ) de pression égale à 2,5 bar. Afin d'éviter l'oxydation de certains types d'échantillons, l'azote peut également être utilisé, à la place de l'air déshydraté, en changeant l'état des électrovannes appropriées.

### I-3. Une chambre de mesure

La chambre de mesure est construite en acier inoxydable, elle a une forme cylindrique de 34 mm de diamètre et de 220 mm de hauteur, elle englobe l'échantillon suspendu par un crochet à la tige de la balance, un capteur de température et d'humidité (HIH 3602C de Honey well qui comprend une sonde platine Pt 1000 et un capteur capacitif d'humidité). Pour assurer la stabilité thermique, la chambre de mesure est entourée par une double cloison cylindrique (diamètres : 100 mm/160 mm, hauteur : 425 mm) permettant la circulation de l'eau du thermocryostat (*figureIII.4*).



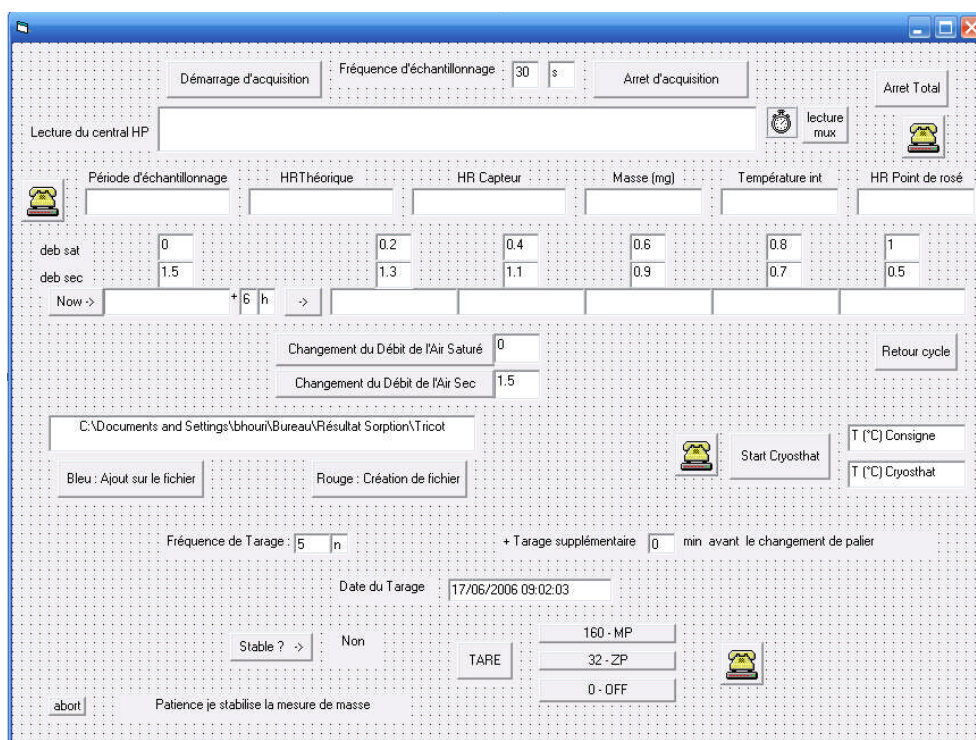
*figureIII.4 : Le principe de contrôle de la température et de l'humidité relative dans la chambre de mesure*

Le thermocryostat utilisé permet de réguler la température entre  $-25^{\circ}\text{C}$  et  $150^{\circ}\text{C}$  en assurant la circulation de l'eau avec un débit de 18 l/mn.

#### I-4. Une unité d'acquisition

Grâce à un logiciel développé en Visuel Basic (*figureIII.5*), un micro-ordinateur permet de commander tous les éléments du dispositif expérimental. La température, l'humidité relative et les tensions respectives des débitmètres sont enregistrées via un dispositif d'acquisition de données "Agilent 34970A" de Hewlett Packard par l'intermédiaire d'une liaison RS232. L'acquisition de la masse de l'échantillon et la commande de la température du thermocryostat sont effectuées en utilisant deux autres liaisons RS232 du Pc.

Ce logiciel permet d'assurer un tarage régulier de la balance selon une fréquence choisie, de fixer la température de consigne du thermocryostat et des contrôleurs de débit, et d'enregistrer régulièrement la masse, la température et l'humidité relative dans un fichier pour les traitements ultérieurs.



*figureIII.5 : Interface du programme de pilotage du dispositif expérimental*

Le choix des proportions d'air sec et d'air saturé permet de fixer l'humidité désirée et de choisir le débit d'air total. Une succession de cycles d'humidités relatives à durée fixe est effectuée afin d'assurer des acquisitions continues. Un tarage supplémentaire peut être envisagé avant le changement de chaque palier d'humidité relative.



## II. Les réglages et les expériences préliminaires

Afin de déterminer la performance de la balance à suspension magnétique, quelques expériences préliminaires sont utilisées pour prédire la fréquence optimale de tarage et la précision de la masse mesurée. Ces deux paramètres seront pris en compte pour déterminer la durée d'équilibre hydrique des échantillons en coton pour différentes valeurs d'humidité relative. D'autres expériences seront effectuées pour vérifier le calibrage et le bon fonctionnement des différents capteurs et thermocouples utilisés. L'influence de l'adsorption/désorption sur la variation de la température interne de la chambre de mesure sera étudiée suite à une mise en évidence de l'intérêt de l'isolation sur la stabilité thermique.

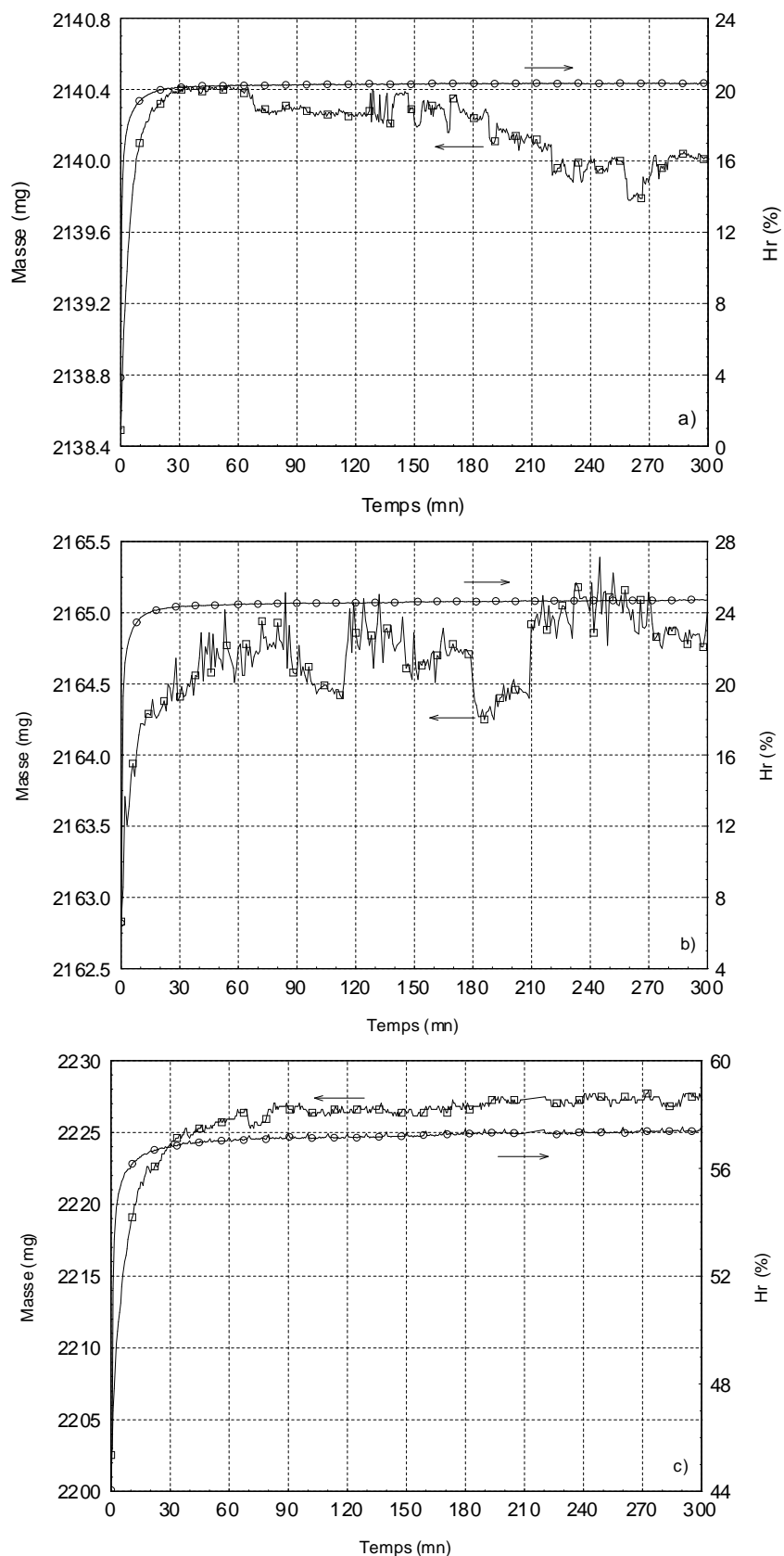
### *II-1. Etude de la stabilité et de la précision de la balance*

La durée de stabilité de chaque palier, la fréquence de tarage et la précision des résultats constituent trois facteurs très importants à maîtriser avant le début de nos expériences pour le bon déroulement de nos mesures et la performance de nos résultats.

#### *II-1-1. Fréquence de tarage*

Pour étudier l'influence de la fréquence de tarage sur la stabilité de l'équilibre massique, nous avons effectué trois mesures différentes d'un échantillon en coton pour des humidités distinctes. En fait, nous avons effectué l'acquisition continue de la masse chaque 30 s d'un échantillon sans tarage, et ensuite avec tarage périodique de 30 mn et de 5 mn. Ces mesures ont été effectuées à la même température de 30°C.

La figure III.6 montre la stabilité massique des échantillons pour les trois cas étudiés par rapport à la stabilité de l'humidité relative dans la chambre de mesure en fonction du temps. Il est nettement visible que l'équilibre massique obtenu avec un tarage régulier chaque 5 mn est plus stable. En effet, l'acquisition sans tarage montre une masse qui décroît dès que l'équilibre est atteint malgré la stabilité parfaite de l'humidité relative ce qui implique l'existence de dérives de la balance qui agissent sur les résultats. L'acquisition avec tarage chaque 30 mn montre une importante fluctuation des résultats autour d'une moyenne stable dont la période coïncide avec la fréquence de tarage et que la masse à l'intérieur de chaque séquence est également variable ce qui implique que la fréquence de tarage est assez grande par rapport à l'effet des dérives sur l'équilibre massique. L'acquisition avec un tarage régulier chaque 5 mn présente une meilleure solution avec une fluctuation moins apparente des résultats autour de la moyenne.



figureIII.6 : Etude de l'influence du tarage de la balance : a) évolution de la masse sans tarage, b) évolution de la masse avec un tarage régulier chaque 30 mn, C) évolution de la masse avec un tarage régulier chaque 5 mn.

### II-1-2. Précision de la balance

Afin de déterminer la précision de la balance à suspension magnétique et de quantifier l'influence de la variation des conditions climatiques sur les relevés massiques, nous avons mené une acquisition continue de la masse du crochet dont la valeur est constante chaque 30 s avec un tarage régulier chaque 5 mn. Les conditions climatiques sont variables respectivement entre 29,5 et 32°C pour la température et entre 0 et 90% pour l'humidité relative selon le protocole présenté dans la figure III.7.

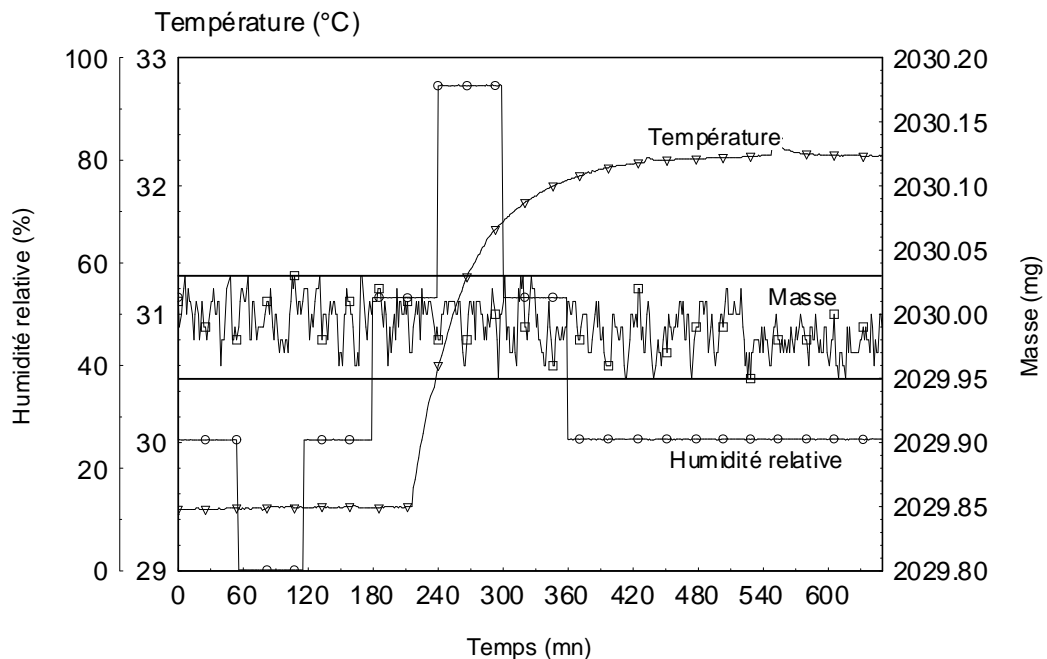
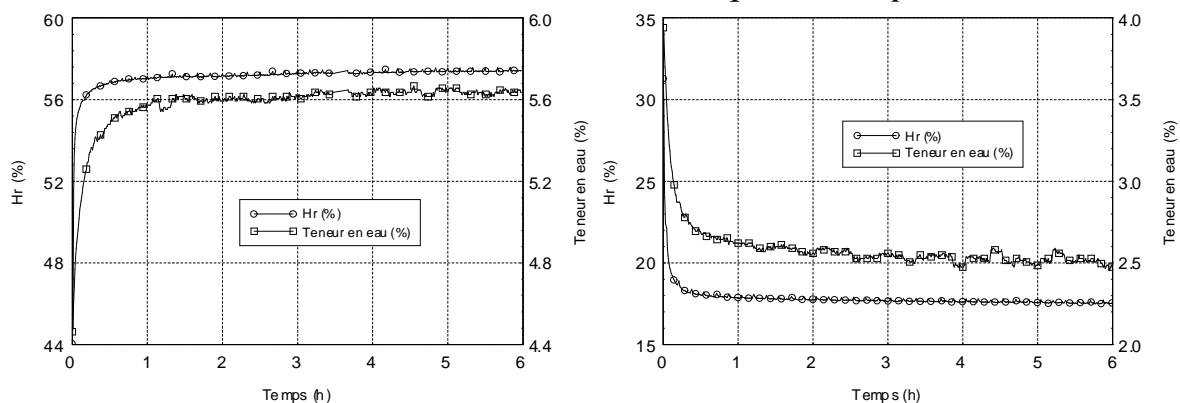


figure III.7 : Etude de la variation de la masse en fonction du temps en tenant compte des changements des conditions climatiques

La figure III.7 présente la variation de la masse du crochet en fonction du temps durant 11 h d'acquisition continue, elle montre les perturbations provenant de la balance dans le cas où la masse est constante. Une étude statistique montre que la masse moyenne du crochet est de 2029,99 mg avec un écart type de 0,02 mg et une incertitude de 0,002 %. Cette incertitude est très proche de la résolution de la balance (0,01 mg).

### II-1-3. Etude de la stabilité des cinétiques de sorption



figureIII.8 : La cinétique d'adsorption et la cinétique de désorption d'un échantillon en coton

Pour déterminer la durée à partir de laquelle les échantillons atteignent leurs états d'équilibre, nous avons mené des expériences préliminaires des cinétiques d'adsorption et de désorption. Pour cela, nous avons réglé la température à 25°C et nous avons mesuré la teneur en eau en fonction du temps lors de l'adsorption pour des humidités relatives de 33%, 47% et 57%, et lors de la désorption pour des humidités relatives de 43%, 17% et 3%. Les résultats trouvés (figureIII.8) montrent que l'équilibre hydrique des échantillons est atteint au bout d'une heure de conditionnement. La teneur en eau (Te) est calculée selon l'équation suivante :

$$Te(\%) = \frac{M(t) - M_s}{M_s} \times 100 \quad III.1$$

Avec  $M(t)$  : la masse de l'échantillon acquise chaque 30 s

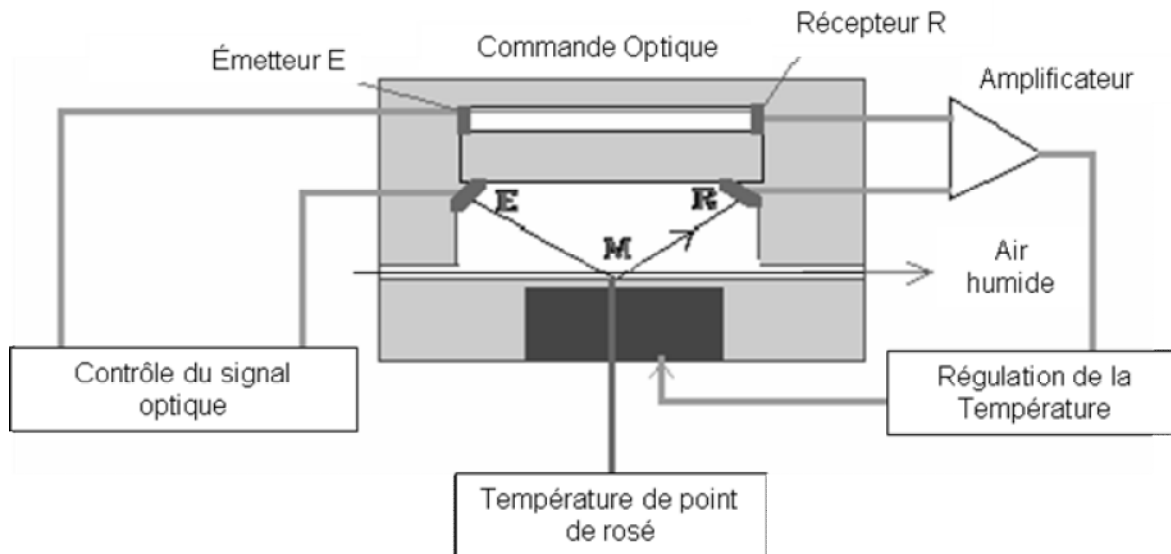
$M_s$  : la masse sèche de l'échantillon obtenue après un étuvage à 105°C.

Tout au long de nos expériences, nous avons eu recours à des cycles d'humidité relative dont la durée minimale de chaque palier est de 5 heures, ce qui nous permet de s'assurer de la stabilité de la masse à l'équilibre des échantillons.

### II-2. Efficacité des mesures de l'humidité relative

Le flux d'air humide est un mélange d'une portion d'air sec et d'une portion d'air saturé en vapeur d'eau à une température donnée. L'exactitude de l'humidité relative obtenue dépend de l'efficacité du saturateur, de la température de l'air sec et de la température de l'eau du saturateur. Un analyseur de point de rosée (Hygro M4-DP) est utilisé pour mesurer l'humidité relative réelle de l'air humide et vérifier l'efficacité du capteur capacitif d'humidité relative (Honeywell IH-3602C) introduit dans la chambre de mesure.

Le principe de mesure de l'analyseur de point de rosée (*figure III.9*) repose sur la transmission d'un rayon lumineux de propriétés connus à la surface d'un miroir de température réglable mis en contact avec l'air humide. Le rayon réfléchi est récupéré par un récepteur en liaison avec le régulateur de la température. La température qui assure la formation des gouttes d'eau à la surface du miroir perturbant la réflexion du signal lumineux correspondant à la température de rosée de l'air testé. Pour plus de précision, le capteur utilisé est basé sur la température qui assure la stabilité de cette perturbation (flux nul).



*figure III.9 : Principe de fonctionnement de l'analyseur de point de rosée*

Nous rappelons que l'humidité relative est le rapport de la pression de vapeur saturante à la température de point de rosée par rapport à celle obtenue à la température sèche :

$$Hr = \frac{P_{vs}(T_{rosé})}{P_{vs}(T_{sèche})} \quad III.2$$

Sachant que la pression de vapeur saturante est déterminée à partir de l'équation de Clapeyron [44] en supposant que la vapeur d'eau est un gaz parfait et que l'enthalpie de vaporisation est constante, nous obtenons :

$$P_{vs}(T) = \exp\left(25.5058 - \frac{5204.9}{T}\right) \quad III.3$$

La température est en Kelvin et la pression est en Pa

La température sèche et la température de rosée sont mesurées respectivement à l'aide d'un capteur Pt1000 à proximité de l'échantillon et d'un analyseur de point de rosée monté à

l'extrémité d'un tube isolé conduisant l'air humide sortant de la chambre de mesure tel qu'il est représenté dans la figureIII.10.



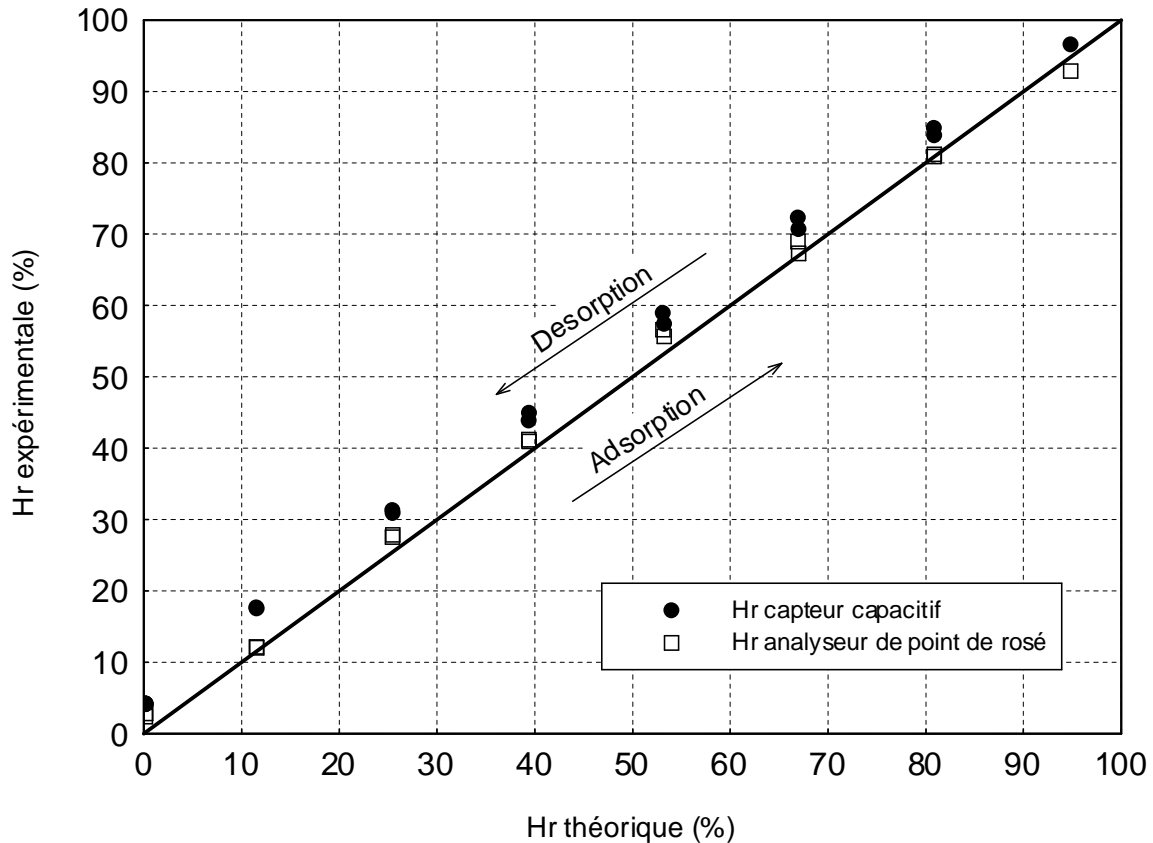
*figureIII.10 : Photo du montage du capteur de point de rosée*

Nous avons mené une série de mesure d'humidité relative à l'aide du capteur capacitif et de l'analyseur de point de rosée pendant un cycle continu d'adsorption/désorption en décrivant toute la plage d'humidité relative entre 0% et 95% tout en gardant la température constante à 25°C. Les valeurs d'humidité à l'équilibre de chaque palier parcouru sont représentées sur la figureIII.11 en fonction des valeurs théoriques calculées par le rapport entre les portions d'air sec et d'air saturé donné par l'équation [56] suivante :

$$Hr_{théorique} = \frac{D_{sat}}{D_{sat} + D_{sec}} \quad III.4$$

Avec  $D_{sat}$  : le débit d'air saturé

$D_{sec}$  : le débit d'air sec.



figureIII.11 : Courbe comparative entre les mesures de l'humidité relative par l'analyseur de point de rosée et par le capteur capacitif pendant la phase d'adsorption et de désorption

La figureIII.11 montre que l'analyseur de point de rosée et le capteur capacitif fournissent des valeurs légèrement supérieures aux humidités relatives théoriques. Cette différence peut être reliée au refroidissement de l'air humide dans la chambre de mesure par rapport au saturateur. En fait, bien que l'analyseur de point de rosée soit plus proche des valeurs théoriques, le capteur capacitif présente des valeurs reproductibles entre la phase d'adsorption et de désorption. En tenant compte également des problèmes de montage des deux capteurs et des difficultés d'enregistrement de leurs données, nous avons considéré tout le long de nos expériences les valeurs indiquées par le capteur capacitif de chez Honeywell (HIH 3602C) comme valeurs mesurées de l'humidité relative ambiante dans la chambre de mesure après l'avoir calibré par une corrélation analytique linéaire pour rapprocher les valeurs enregistrées à celles données par l'analyseur de point de rosé. La nouvelle équation de calibrage du capteur capacitif de Honeywell (HIH3602C) est considérée par l'équation III.5.

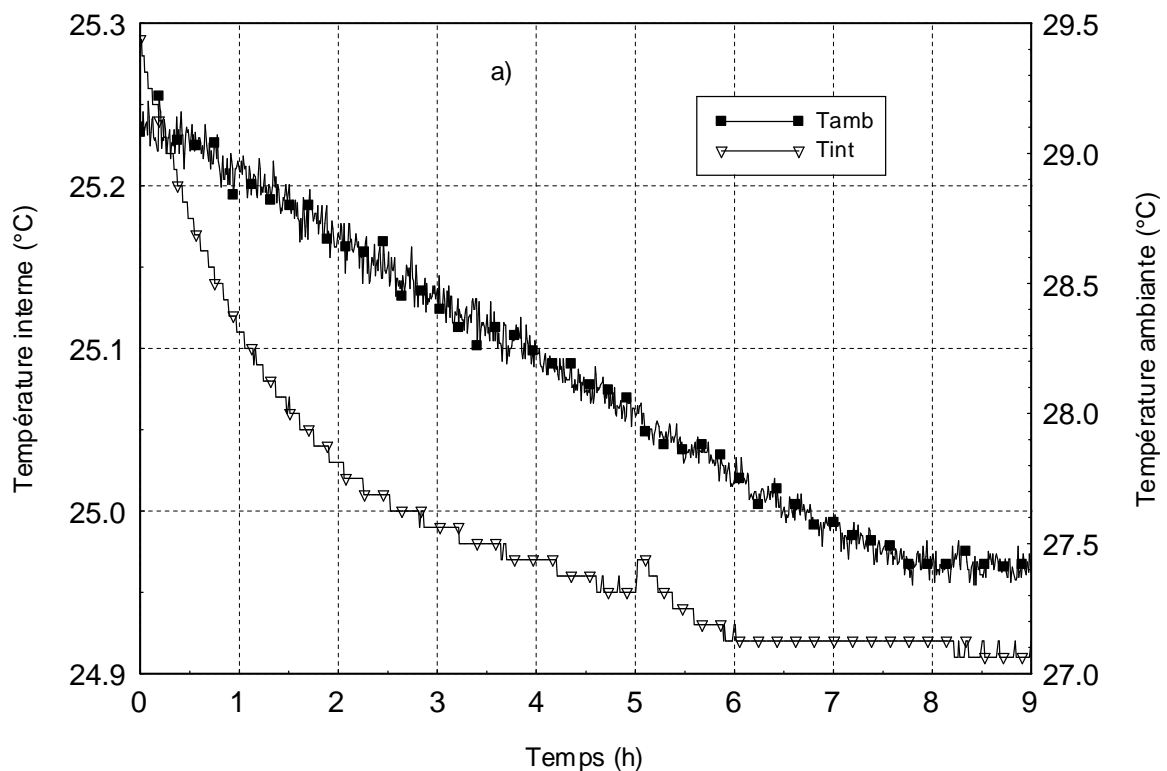
$$Hr(\%) = \frac{V_{out}(V) - 0,839}{0,0315} \quad III.5$$

Avec  $V_{out}$  : tension de sortie du capteur.

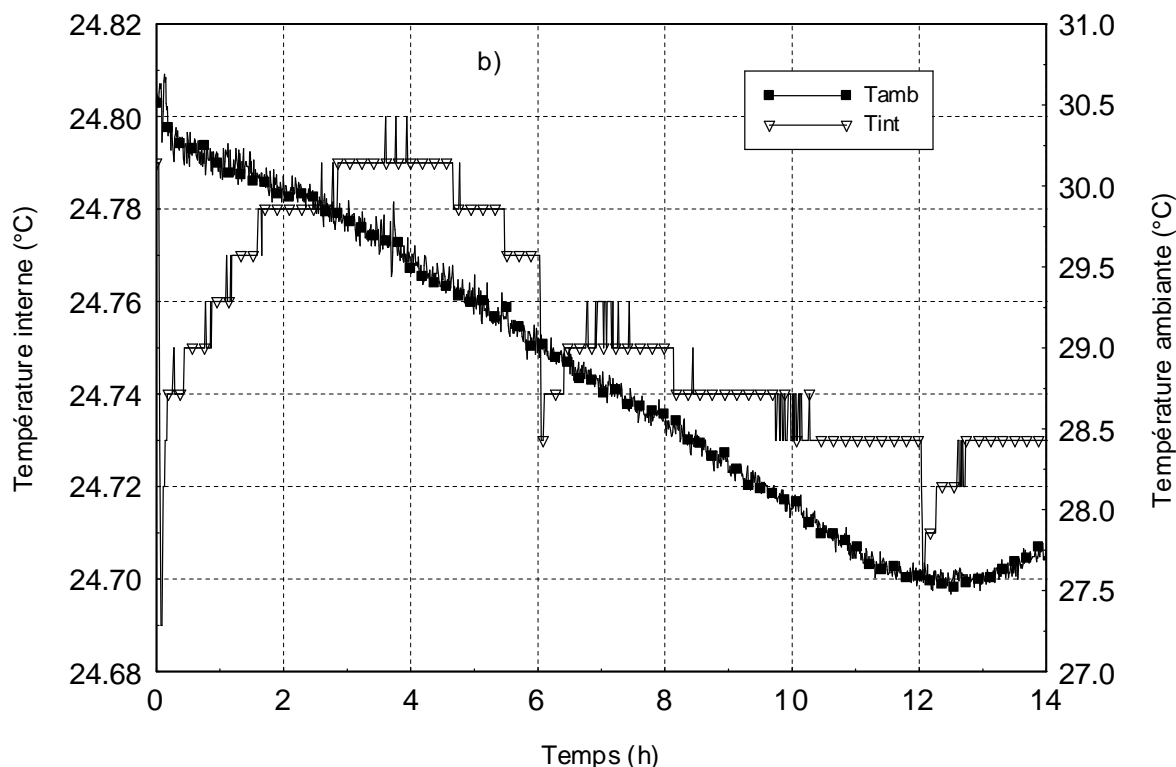
Afin de déterminer la vitesse optimale de l'air humide dans la chambre de mesure et son influence sur les conditions expérimentales, Perré et al [45] ont mené des relevés de l'humidité relative effective pour des consignes similaires en portion d'air humide tout en variant le débit total de l'air entre 150 et 1200  $ml/mn$  à la température de 30°C, et ils ont montré l'indépendance entre le débit d'air humide entrant et l'humidité relative engendrée. Afin de rester dans les mêmes conditions expérimentales, nous avons considéré tout le long de nos expériences un débit total de l'air humide de 300  $ml/mn$ .

### II-3. Etude de la stabilité de la température

La température dans le dispositif expérimental est contrôlée à l'aide de la circulation de l'eau du thermocryostat dans un circuit fermé entre la chambre de mesure, les tubes conduisant l'air humide et le générateur de l'air saturé. Une sonde Pt 1000 et un thermocouple type K sont utilisés pour présenter respectivement la température à l'intérieur de la chambre de mesure et la température ambiante.







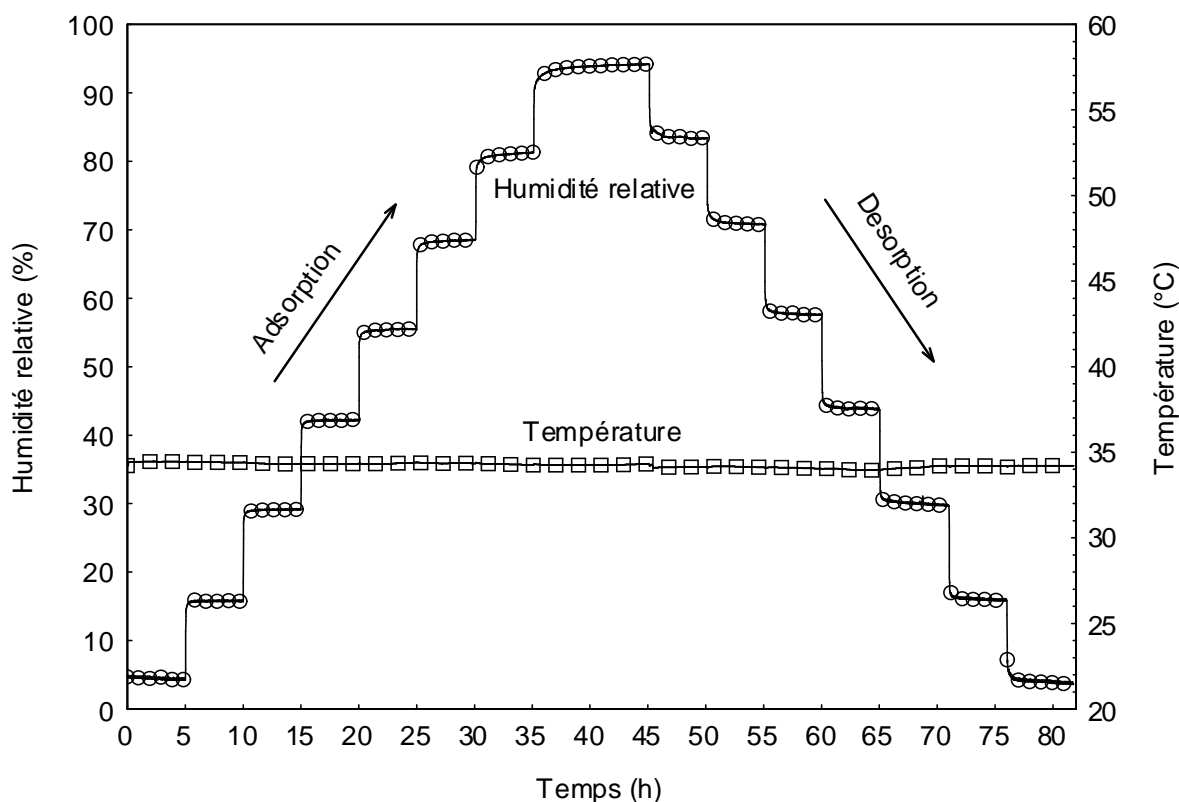
figureIII.12 : Etude de la variation de la température interne par rapport à la variation de la température ambiante en fonction du temps : a) chambre de mesure non isolée, b) chambre de mesure isolée

Pour contrôler l'influence du milieu externe sur la température à l'intérieur de la chambre de mesure, nous avons mesuré leurs variations en fonction du temps et nous les avons représentés dans la même figure (figureIII.12). Les résultats (figureIII.12-a)) ont montré qu'une variation de la température ambiante de  $1,8^{\circ}\text{C}$  a entraîné une variation de  $0,4^{\circ}\text{C}$  de la température interne, ce qui a exigé une isolation thermique de la chambre de mesure, du générateur d'air saturé et des canalisations de l'air humide à l'aide d'une couche en mousse de poly méthacrylate de méthyle et une couche en mousse de polyuréthane.

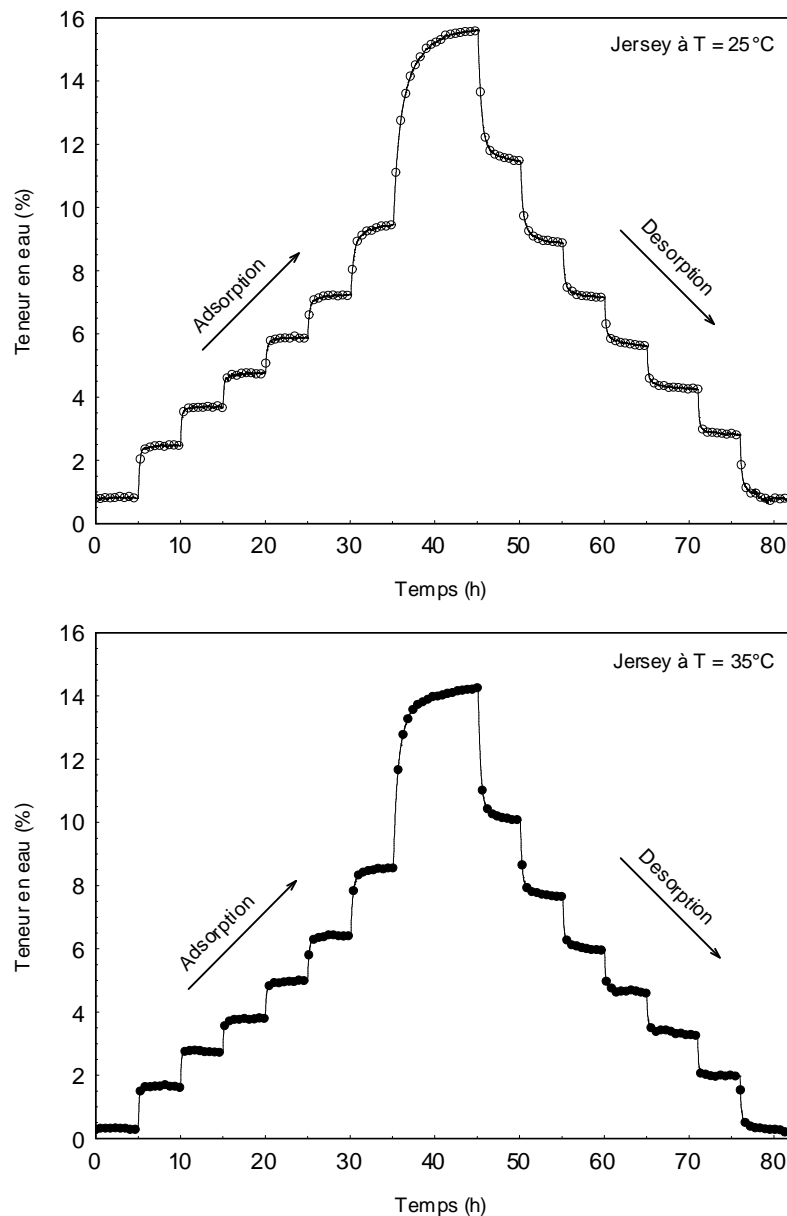
Pour vérifier l'efficacité de l'isolation thermique, nous avons effectué une deuxième série de mesure de l'influence des variations de la température externe sur la température à l'intérieur de la chambre de mesure isolée en fonction de temps (figureIII.12-b)). Les résultats montrent que la variation de la température ambiante de  $3,2^{\circ}\text{C}$  se traduit par une variation de la température interne de  $0,11^{\circ}\text{C}$ , ce qui prouve une très bonne maîtrise des conditions expérimentales (stabilité thermique de  $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$  et stabilité hydrique de  $\pm 0,04\%$ ).

### III. Etude du phénomène de sorption

Les cinétiques et les isothermes d'adsorption et de désorption de la vapeur d'eau par les échantillons en tricot Jersey à la température de 25°C et de 35°C sont déterminées en utilisant la méthode gravimétrique grâce à la balance à suspension magnétique. Les humidités relatives utilisées s'échelonnent de 3% à 95%, à raison de 8 paliers, de durée minimale de 5h, dans chaque phase. (figureIII.13)



figureIII.13 : Évolution de l'humidité relative et de la température en fonction du temps durant un cycle de mesure des cinétiques de sorption

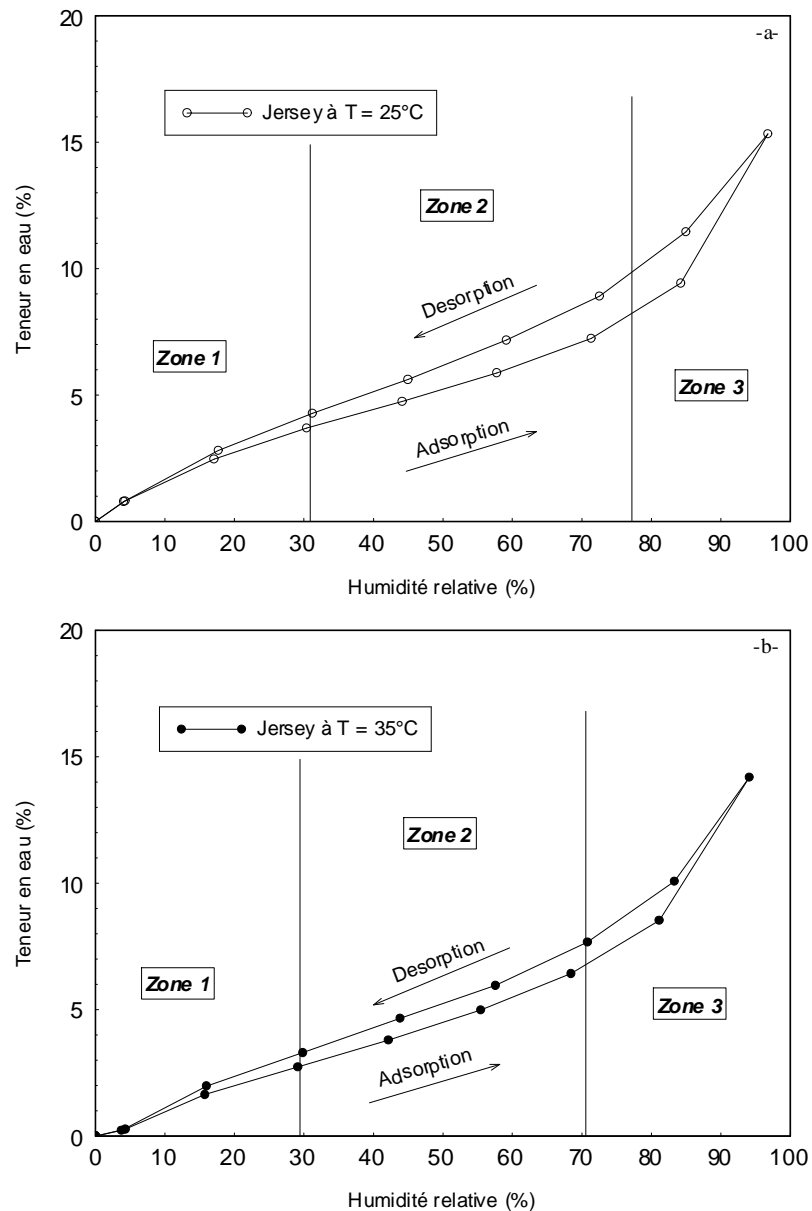


figureIII.14 : Évolution de la teneur en eau du tricot Jersey en fonction du temps durant un cycle de mesure à  $T=25^{\circ}\text{C}$  et à  $T=35^{\circ}\text{C}$

La figureIII.14 présente l'évolution de la teneur en eau du tricot au cours d'un cycle d'adsorption et de désorption pour les températures de  $25^{\circ}\text{C}$  et de  $35^{\circ}\text{C}$ . Elle montre que les échantillons atteignent pour des humidités relatives de l'air inférieures à 75%, leurs équilibres après une heure de stabilité hydrique. Par contre, ils ne trouvent pas l'équilibre après 10h de stabilité pour des Humidités relatives supérieures à 90%.

Nous constatons également que les capacités de sorption du Jersey décroissent avec la température. Ceci s'explique par la diminution des formations de liaisons hydrogène à cause de l'augmentation de la mobilité des molécules d'eau en fonction de la température.

Nous avons représenté la teneur en eau à l'équilibre en fonction de l'humidité relative pendant les phases d'adsorption et de désorption pour obtenir respectivement les isothermes d'adsorption et de désorption du Jersey à la température de 25°C (figureIII.15-a-) et de 35°C (figureIII.15-b-).



figureIII.15 : Les isothermes de sorption du Jersey  
à la température de 25°C (-a-) et de 35°C (-b-)

Les isothermes ont une allure identique [2] sous forme de *S* marquée par la présence de deux points d'inflexion qui limitent trois zones de sorption différentes :

- Une première zone ( $Hr < 30\%$ ), correspond à l'action de l'eau fortement liée sur la structure microporeuse de l'étoffe. En effet, les molécules d'eau se fixent sur les

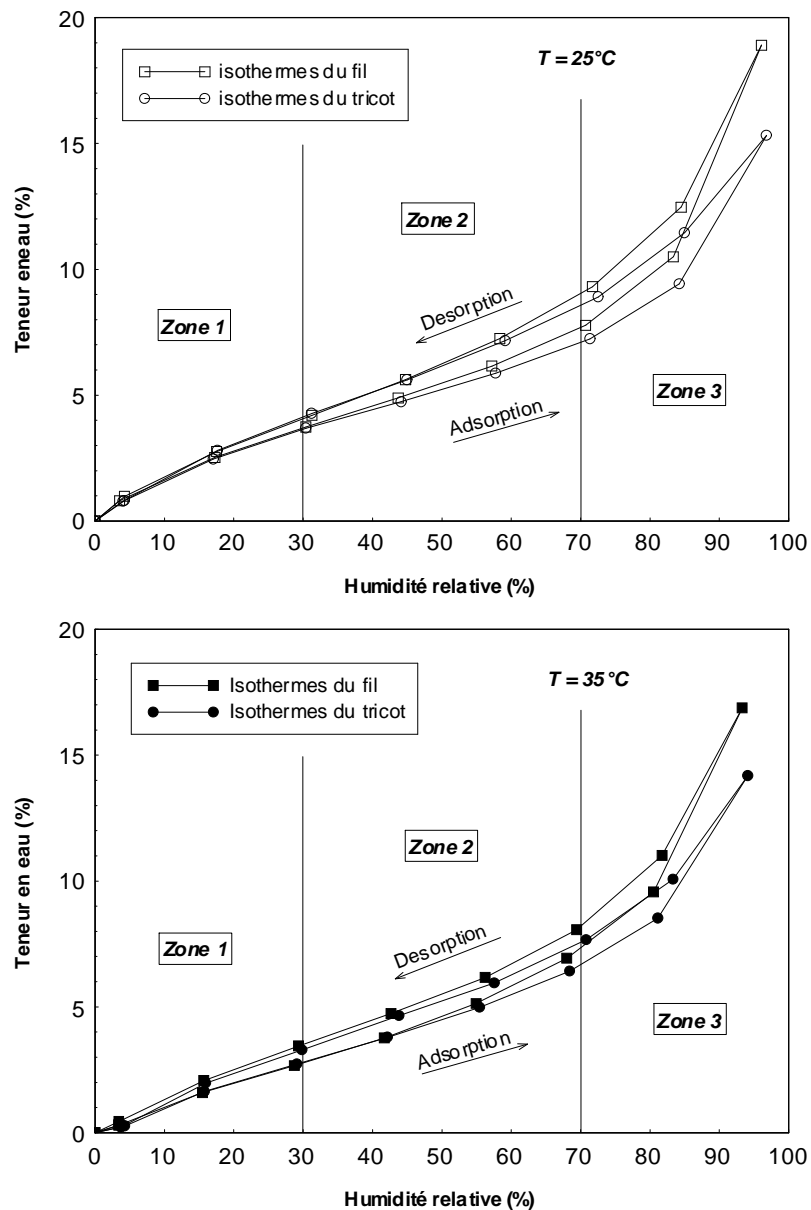
groupements hydroxyles constituant la cellulose en formant une couche mono moléculaire. Dans cette zone, l'énergie de liaison est importante et les molécules d'eau sont peu mobiles.

- Dans la deuxième zone ( $30\% < Hr < 70\%$ ), la formation des monocouches se poursuit tandis que les molécules d'eau se fixent sur celle déjà adsorbées pour former une couche polymoléculaire. La masse d'eau adsorbée croît à peu près linéairement, et l'énergie de liaison diminue avec le nombre de couches formées.
- Une troisième zone ( $Hr > 70\%$ ), la pression partielle de vapeur d'eau est élevée et la surface poreuse de la matière est occupée par des multicouches d'eau. La liaison de l'eau avec la matière devient de plus en plus faible et les multicouches au niveau des micropores se rejoignent pour former une condensation capillaire.

Le décalage entre les isothermes d'adsorption et de désorption du tricot (*figureIII.15*) met en évidence la boucle d'hystérèse de sorption. En effet pour une même humidité relative, nous constatons que la teneur en eau à l'équilibre d'un échantillon lors de l'adsorption est inférieure à celle obtenue par désorption. Ceci correspond aux différences de structure interne des fibres qui composent le tricot (ponts hydrogène entre les groupements hydroxyles des macromolécules et/ou les molécules d'eau) en fonction de leurs histoires hydriques. Dans les fortes valeurs d'humidité relative (troisième zone des isothermes), l'hystérésis paraît plus importante, ce qui peut être expliqué par l'effet de l'histoire hydrique sur la formation des amas de molécules d'eau condensés dans les micro porosités des fils [10].

L'élévation de la température permet de réduire la largeur de la boucle d'hystérèse de sorption du Jersey en coton. En effet, l'élévation de la température réduit les capacités de sorption du matériau d'une façon irréversible ce qui cause un encombrement moins important des molécules d'eau et une diminution de la déformation structurelle. Ces effets ont été étudiés par Engelhardt [23] en 1979 et par Djolani [19] en 1970 sur différentes espèces de bois, et ils ont montré que l'hystérésis diminue de trois à quatre fois entre 25°C et 50°C et elle disparaît à partir de 75°C pour le hêtre.

Nous avons utilisé le protocole expérimental de la figureIII.13 pour déterminer les isothermes de sorption des fils défilées de la structure du Jersey à la température de 25°C et de 35°C (*figureIII.16*)



figureIII.16 : Les isothermes d'adsorption et de désorption du tricot et du fil  
à la température de 25°C et de 35°C

La figureIII.16 présente l'isotherme d'adsorption et de désorption d'un tricot Jersey en coton et celui du fil qui le compose à la température de 25°C et de 35°C. Une comparaison entre les isothermes de sorption du fil et du tricot aux températures étudiées montre que les deux courbes coïncident pour les faibles humidités ce qui explique que la formation de la monocouche et des multicouches dans le tricot et le fil de même propriétés physiques se fassent d'une manière identique. A partir de la zone 3, la quantité d'eau adsorbée par le fil dépasse celle retenue par le tricot dans les mêmes conditions hygrothermiques. Cette différence peut être expliquée par le fait que le liage jersey freine le gonflement des fils et par conséquent il réduit leurs capacités de sorption. Lorsque l'humidité relative baisse, les fils

vont se rétrécir et le liage commence à se desserrer pour reprendre les mêmes capacités de sorption que celui des fils libres [9].

#### **IV. Conclusion**

Nous avons présenté, dans ce chapitre, un dispositif de mesure des cinétiques et des isothermes de sorption de la vapeur d'eau par les étoffes en coton. Les caractéristiques des éléments du dispositif expérimental, leurs performances et leurs degrés de précision sont déterminés à partir des expériences préliminaires appropriées. Le processus de sorption d'un tricot Jersey en coton a été étudié pendant un cycle continu d'adsorption désorption à deux températures différentes. Les isothermes de sorption du Jersey et des fils défilés de sa structure ont été comparées.

## *Chapitre 4*

---

*Mesure de la déformation libre  
par traitement d'images.*



## Chapitre 4

### Mesure de la déformation libre par traitement d'images.

I.	Mesure optique et par laser de la déformation .....	- 66 -
I-1.	La technique de mesure par réflexion des rayons laser .....	- 66 -
I-2.	La technique d'analyse des images optiques.....	- 68 -
II.	Présentation de la technique de mesure par rayon X .....	- 71 -
II-1.	Le principe d'imagerie par rayon X.....	- 71 -
II-2.	Les avantages de l'imagerie par rayon X .....	- 73 -
II-3.	Présentation du dispositif expérimental.....	- 74 -
II-3-1.	<i>Une source de rayon X</i> .....	- 74 -
II-3-2.	<i>Un scintillateur</i> .....	- 75 -
II-3-3.	<i>Un détecteur</i> .....	- 75 -
II-3-4.	<i>Une chambre conditionnée</i> .....	- 75 -
III.	Les réglages et les corrections effectués .....	- 79 -
III-1.	Mise au point de la caméra .....	- 79 -
III-2.	Correction des images .....	- 80 -
III-2-1.	<i>Correction de base</i> .....	- 81 -
III-2-2.	<i>Correction par filtre médian temporel</i> .....	- 81 -
III-2-3.	<i>Amélioration des paramètres d'acquisition</i> .....	- 82 -
III-3.	Dimensionnement des échantillons.....	- 83 -
IV.	La méthode de mesure de la déformation par analyse d'images.....	- 84 -
IV-1.	Méthode d'analyse globale .....	- 85 -
IV-1-1.	<i>Génération d'une image déformée</i> .....	- 86 -
IV-1-2.	<i>Procédure d'interpolation des niveaux de gris</i> .....	- 88 -
IV-2.	Procédure de mesure de la déformation par la méthode de Simplexe .....	- 89 -
IV-2-1.	<i>Principe de la méthode de Simplexe</i> .....	- 89 -
IV-2-2.	<i>Application de la méthode de Simplexe</i> .....	- 91 -
V.	Etude du comportement du Jersey en coton .....	- 92 -
V-1.	Le protocole de mesure de la déformation .....	- 92 -
V-2.	Résultats et interprétations .....	- 93 -
VI.	Conclusion .....	- 97 -

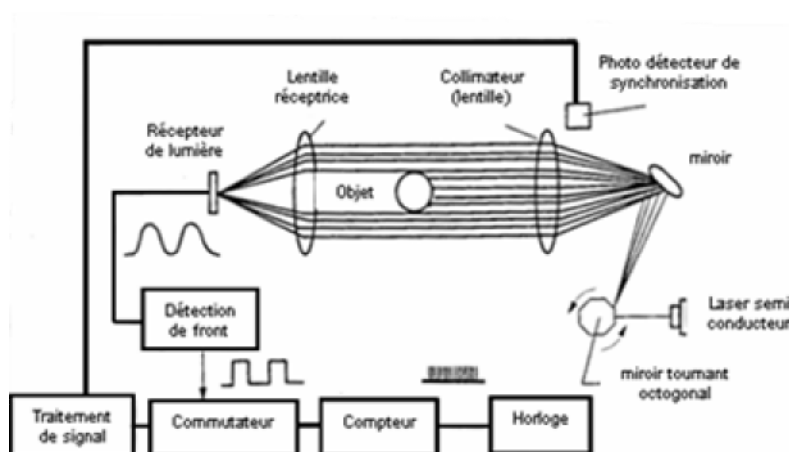
Nous nous proposons, dans ce chapitre, de présenter trois techniques de mesure sans contact de la déformation libre des étoffes sous stress hydrique. Les caractéristiques des dispositifs expérimentaux de la technique de mesure par balayage laser, la technique d'analyse des images optiques et la technique d'analyse globale des images par atténuation des rayons X et leurs performances seront présentées. Les critères de choix de la technique adaptée, les différentes corrections utilisées et la procédure de calcul de la déformation par la méthode de Simplexe seront développés. La déformation libre d'un tricot Jersey dans les directions principales et le cisaillement associé seront mesurés en fonction des humidités relatives durant un cycle continu d'adsorption et de désorption. Des images prises par le microscope électronique environnemental seront utilisées pour justifier les interprétations des résultats.

## I. Mesure optique et par laser de la déformation

Botosso, en 1997, a réalisé une revue bibliographique [13] complète sur les méthodes utilisées pour mesurer la variation dimensionnelle dans plusieurs domaines. Il y décrit les différentes méthodes expérimentales utilisées, et y explique leurs avantages et leurs inconvénients. Nous distinguons essentiellement deux méthodes de mesure sans contact de la déformation, afin de calculer le comportement des matériaux textiles sous l'effet de la variation des conditions climatiques, à savoir la technique de mesure par la réflexion des rayons laser et la méthode d'analyse des images optiques.

### *I-1. La technique de mesure par réflexion des rayons laser*

La mesure de l'ombre généré par un faisceau laser est une technique sans contact, dont le dispositif est formé par un émetteur qui assure le balayage d'un faisceau laser sur un objet et un récepteur qui mesure l'ombre formé [3].

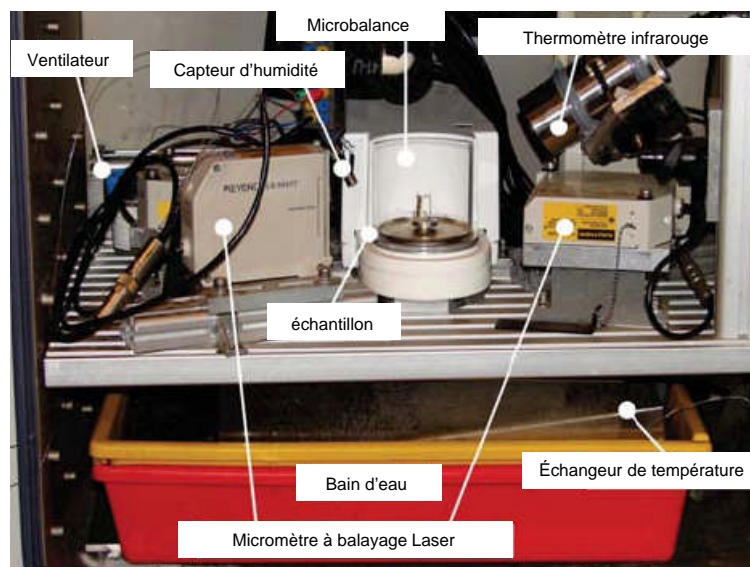


figureIV.1 : Schéma de fonctionnement du micromètre à balayage laser

Le principe de cette méthode (*figureIV.1*) se base sur la projection continue d'un faisceau lumineux généré par une diode laser sur un miroir octogonal rotatif animé d'une vitesse angulaire constante. Le faisceau sera dévié par deux optiques pour orienter parallèlement le rayon laser. La mesure est ainsi indépendante de la position de l'objet entre émetteur et récepteur.

Après balayage de l'objet, le faisceau laser est convergé vers un récepteur par une lentille réceptrice. L'unité de traitement calcule les dimensions de l'objet en fonction de la fréquence d'éclairage avec une précision absolue de  $0,3 \mu\text{m}$  et une résolution de  $0,05 \mu\text{m}$  [46].

Cette technique a été adoptée par Dakkak et Perré [18], pour concevoir et développer un dispositif expérimental au LERMaB qui permet de mesurer simultanément le retrait libre des microéchantillons en bois selon deux directions perpendiculaires et leurs teneurs en eau à l'équilibre ainsi que l'humidité relative de l'air dans la chambre de mesure. Cette technique a été utilisée également par May et Perré [35] pour étudier la variation dimensionnelle des produits agroalimentaires lors du séchage.



*figureIV.2 : Dispositif de mesure de la variation dimensionnelle d'un matériau en fonction de l'humidité relative*

La figureIV.2 présente le dispositif de mesure de l'influence de l'humidité sur les dimensions de l'échantillon. Il est composé d'une balance micrométrique, d'un banc optique pour l'émission et la réception des rayons laser et d'une réserve d'eau connectée à un thermocryostat pour le contrôle des conditions climatiques, le tout est introduit dans une étuve pour assurer le contrôle thermique. Un ordinateur est utilisé pour piloter les différents éléments et pour assurer l'enregistrement des données.

### *I-1-1. Les difficultés expérimentales*

Le dispositif est conçu pour mesurer la déformation des échantillons en bois de faibles dimensions selon deux directions perpendiculaires. L'échantillon est alors suspendu sous son propre poids sur un support de forme bien étudiée pour pouvoir accéder aux déformations libres de retrait/gonflement sous stress hydrique. La faible épaisseur et la densité réduite des étoffes textiles leurs confèrent un caractère souple et drapé, ce qui cause certaines difficultés expérimentales pour maintenir l'échantillon. La préparation d'une étoffe d'aussi faible dimension que celle utilisée pour le bois ( $0,5 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$ ) et la capacité maximale de la balance (2 g) causent d'autres difficultés mésoscopiques (domination du comportement des fils par rapport à l'étoffe). L'effet de bord et les fibres effilochées au moment de la préparation de l'étoffe, en plus de l'enroulement de l'échantillon au moment du séchage, causent aussi d'autres difficultés de mesure, ce qui nous a mené à abandonner cette technique.

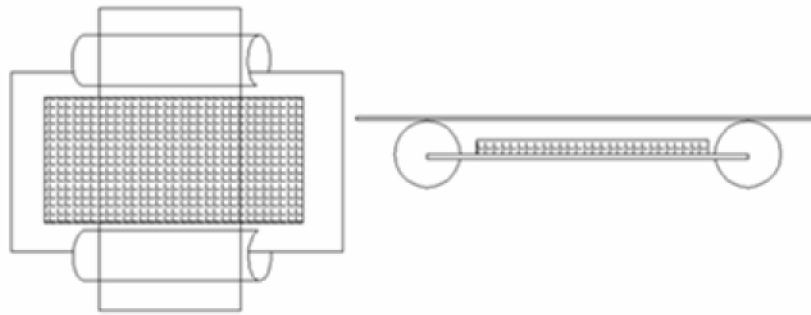
### *I-2. La technique d'analyse des images optiques*

Nous avons également testé la méthode d'analyse des images optiques, pour étudier la déformation du tissu sous l'effet du mouillage. Pour cela nous avons utilisé un dispositif de mesure (*figureIV.3*) composé d'un microscope optique de recherche équipé d'une caméra numérique "Cool Snap" liée à un ordinateur sur lequel nous pouvons traiter les images et les enregistrer.



*figureIV.3 : Schéma du dispositif d'acquisition des images optiques*

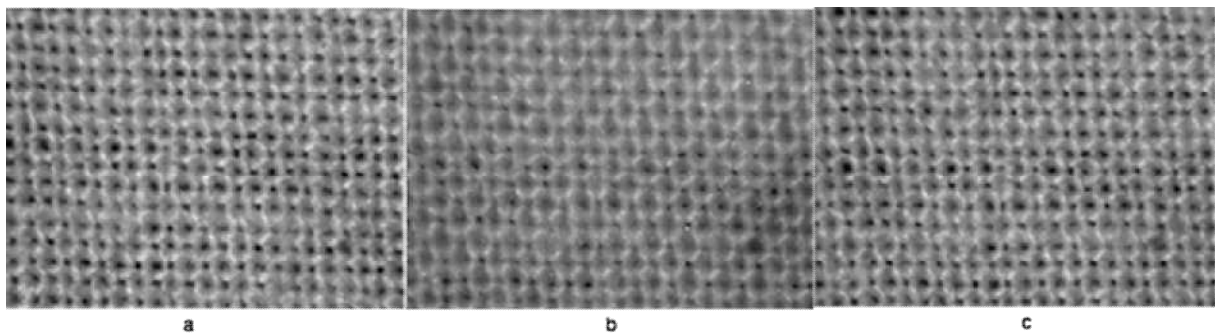
Les expériences préliminaires ont montré que l'échantillon déposé au départ entre la lame et la lamelle du microscope subit une déformation sous l'effet du poids de la lamelle. Pour cela nous avons monté un petit dispositif (*figureIV.4*) qui évite ce contact en introduisant deux gaines, en caoutchouc coupées suivant le sens longitudinal, dans les deux bords de la lame pour jouer le rôle d'un support qui maintient la lamelle distante du tissu.



*figureIV.4 : Schéma du porte échantillon*

Pour éviter l'effet de bords et les perturbations dues aux préparations, nous avons choisi des échantillons rectangulaires de dimension 30 mm x 25 mm. Nous avons acquis une image témoin représentant l'état initial du tissu, ensuite, nous l'avons mouillé et nous avons pris une deuxième image reflétant l'état déformé de la structure (Tissu trempé dans l'eau). La reprise de l'état initial est contrôlée à l'aide d'une image acquise de la même structure après un séchage de l'échantillon à l'air ambiant pendant une période de 20 h (la stabilité de la masse du montage permet de contrôler l'état sec de l'échantillon).

Pour étudier la variation dimensionnelle des échantillons, nous avons développé un petit programme utilisant le langage « Matlab », qui permet de calculer la déformation due au mouillage. Mais, l'analyse statistique préliminaire des résultats a montré que le bruit des mesures dépasse dans certains cas la valeur de la déformation. Alors, nous avons décidé d'utiliser les images optiques pour des analyses qualitatives uniquement.

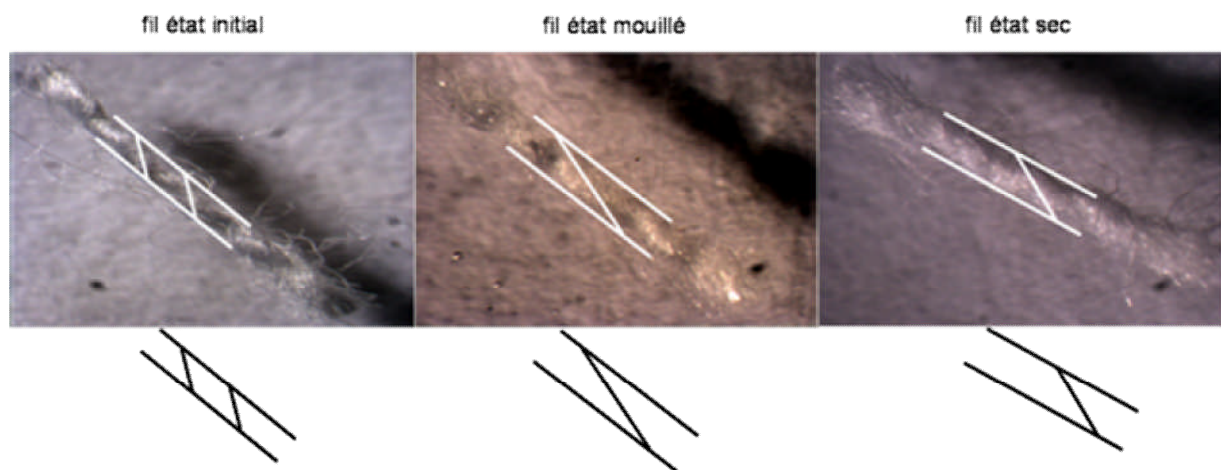


*figureIV.5 : Images d'un tissu mouillé (b) et séché (c) comparées à l'état initial (a)*

La figureIV.5 présente des images optiques obtenues par la technique d'acquisition par réflexion, d'un échantillon de tissu mouillé, et séché comparées à l'état initial. Il apparaît que pour l'étoffe mouillée, les fils sont plus gonflés et la structure est plus condensée. D'ailleurs même les pores qui sont bien visibles dans la structure de référence se ferment lors du mouillage, suite au gonflement des fils. Lors du séchage, nous observons que les fils se

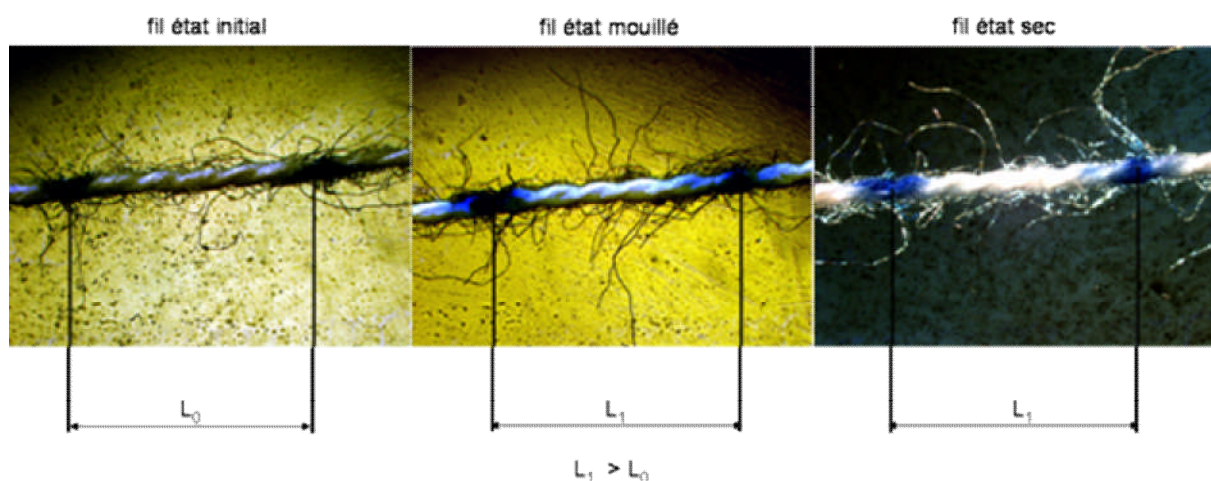
rétrécissement, l'état de gonflement initial disparaît et la structure se relaxe pour reprendre sa forme de départ. Les pores sont à nouveaux bien visibles.

Pour vérifier nos hypothèses, nous avons effectué le même cycle de mesure sur des fils effilochés de l'étoffe, et nous avons effectué des images à des portions de faibles dimensions. La figureIV.6 présente la forme du fil à l'état initial, mouillé et séché. Elle montre que le fil mouillé subit un gonflement en diamètre et une détorsion au niveau des bords, ce qui impose une situation indéfinie, à cette échelle, de l'effet du mouillage sur la longueur. Au moment du séchage, les fibres retrouvent leur forme initiale et le fil se libère de sa tension interne pour reprendre une forme non contrainte de l'état mouillé. Comme le fil est déposé librement, alors la disparition de la contrainte interne ne remet pas le fil à sa forme initiale.



figureIV.6 : Comparaison entre les dimensions du fil sec et mouillé

Nous avons effectué d'autres mesures sur les mêmes fils en utilisant des longueurs plus grandes tout en limitant la distance à contrôler par deux taches d'encre. La figureIV.7 représente une image du fil à son état initial, à l'état mouillé et après séchage.



figureIV.7 : Etude de l'influence du mouillage - séchage sur la longueur d'un fil

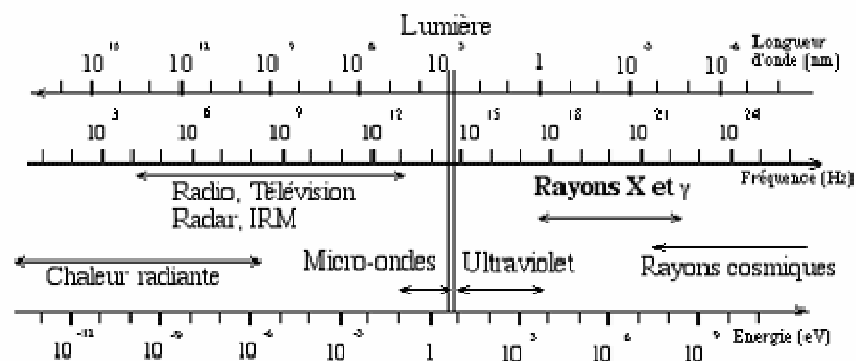
En examinant l'évolution de la géométrie du fil (*figureIV.7*), nous constatons que les observations coïncident avec celles remarquées pour le même fil de longueur plus faible. En fait, nous avons constaté que le fil gonfle en diamètre et en longueur lors du mouillage tout en subissant une légère détorsion. Après séchage, le rétrécissement des fibres entraîne l'annulation de toutes les contraintes internes, mais le fil ne revient plus à ses dimensions initiales puisqu'il est déposé librement sans liage d'aucune armure.

## II.Présentation de la technique de mesure par rayon X

Nous présentons dans ce paragraphe la technique d'acquisition d'images obtenues par atténuation des rayons X en indiquant le principe et les avantages ainsi que les éléments du dispositif expérimental utilisé.

### II-1. Le principe d'imagerie par rayon X

Les rayons X présentent une forme à énergie élevée du rayonnement électromagnétique habituel dont la longueur d'onde est comprise entre 10 nm et 0,001 nm (*figureIV.8*). Les rayons de longueur d'onde proche de la plage des ultraviolets, dans le spectre électromagnétique, sont connus sous le nom de rayons X mous, tandis que les rayons de longueur d'onde plus courte sont appelés rayons X durs ou radioactifs.

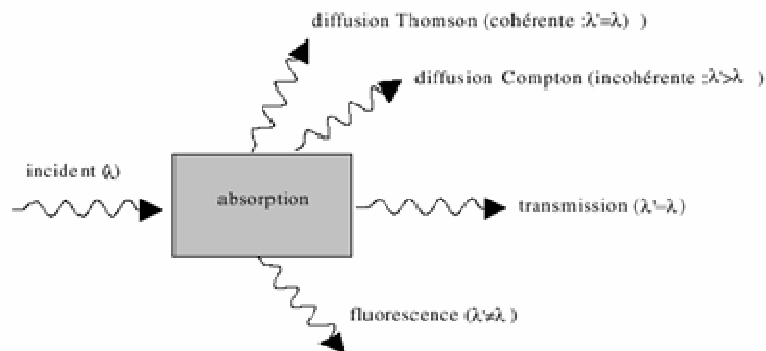


*figureIV.8 : Le spectre des ondes électromagnétiques*

L'unité souvent utilisée pour quantifier l'énergie des rayonnements électromagnétiques est le Kiloélectronvolt ou le Mégaélectronvolt (KeV ou MeV).

Les ondes électromagnétiques se déplacent en ligne droite avec une vitesse constante dans le même milieu, lorsqu'elles traversent la matière, les interactions avec les atomes des milieux peuvent entraîner une absorption, une diffusion ou une réflexion de l'onde initiale (*figureIV.9*). Comme les rayons X sont des rayonnements très énergétiques, alors ils ont

suffisamment d'énergie pour pouvoir éjecter un électron lors de leur interaction avec la matière traversée. Ce processus, appelé ionisation, peut avoir des conséquences néfastes sur la structure et la viabilité cellulaire des matériaux organiques [3].



figureIV.9 : Processus d'interaction entre le photon X et la matière

Depuis leurs découvertes par le physicien Allemand Wilhelm Röntgen en 1895 [49], les rayons X sont devenus une technique standard pour la détermination des propriétés structurales de l'intérieur des objets opaques. Le faisceau de rayons X, selon sa longueur d'onde, est progressivement atténué lors de son passage à travers la matière. Pour un faisceau d'énergie donnée, cette atténuation dépend de l'épaisseur, de la densité et de la composition atomique de la matière exposée.

L'atténuation globale du faisceau de rayons X est responsable du contraste. En effet, le niveau de gris dans une zone de l'image correspond à la somme des atténuations élémentaires engendrées par les corps successivement traversés (figureIV.10). Les objets apparaissent ainsi superposés les uns sur les autres sans qu'il soit possible de prédire le sens.



figureIV.10 : Effet de l'atténuation des rayons X

L'atténuation d'un faisceau X monochromatique dans la matière suit une loi exponentielle décroissante sous la forme :



$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad IV.1$$

Où  $I_0$  : est l'intensité initiale du faisceau de rayons X.

$I$  : est l'intensité du faisceau de rayons X transmis.

Le paramètre  $\mu$  appelé coefficient d'atténuation linéique, dépend de la longueur d'onde  $\lambda$  du rayonnement incident et de la nature du matériau.

L'atténuation est définie, dans le cas d'un rayon polychromatique, en tenant compte de la distribution spectrale  $I(\lambda)$  émise par le tube à rayon X, par la relation :

$$\frac{I}{I_0} = \frac{\int_0^\infty I_0(\lambda) e^{-\mu_m(\lambda)\rho x} d\lambda}{\int_0^\infty I_0(\lambda) d\lambda} \quad IV.2$$

Où  $\mu_m = \frac{\mu}{\rho}$ , coefficient d'atténuation massique

$\rho$  : densité de l'élément traversé

Les rayons X provoquent la fluorescence lumineuse sur certains matériaux, comme l'iodure de sodium (NaI), l'iodure de césium (CsI) appelée scintillateurs. Cette propriété est utilisée pour transformer les rayons X invisibles en spectre proportionnel en lumière visible qui peut être détecté par un capteur CCD (Charge Coupled Device). Cette technique semble la méthode la plus simple et présente le moins de risque matériel d'où son adoption par Badel [3], en 1999, dans sa conception du dispositif d'acquisition des images par rayons X.

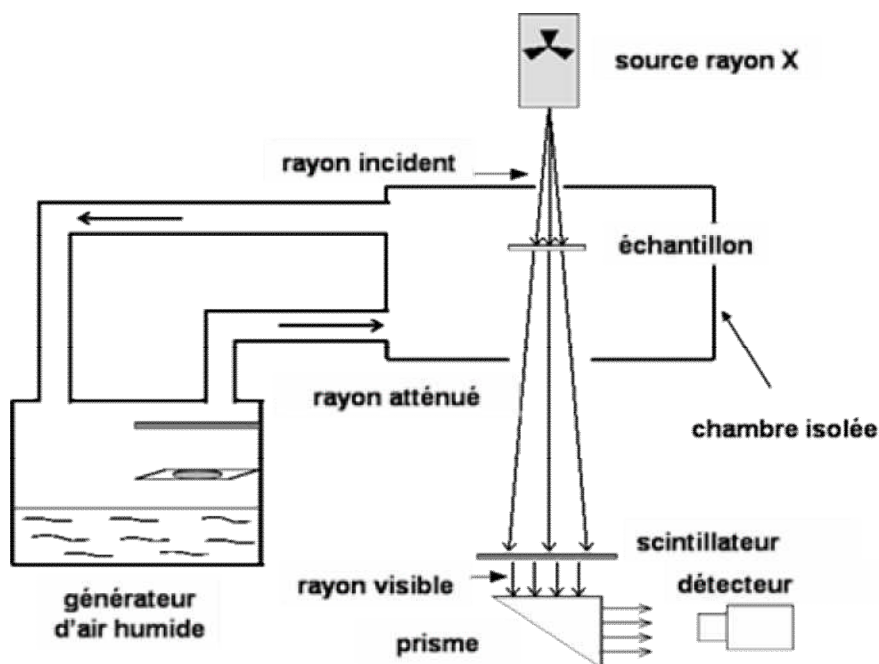
## ***II-2. Les avantages de l'imagerie par rayon X***

Les rayons X offrent la possibilité de traverser les objets opaques pour être atténués selon la densité de la matière présentée. Ils se propagent toujours en ligne droite et ne causent aucun problème de réflexion ou de réfraction telle que celles causées par les rayons optiques, ce qui explique la faiblesse de l'effet de l'ombre généré par les épaisseurs, très mal contrôlées pour le cas des matériaux textiles. Les rayons X présentent une énergie d'activation très élevée et ils sont très faiblement influencés par le changement d'humidité, ce qui implique que la lumière transmise au CCD reste homogène entre l'état sec et l'état mouillé et que la déformation ne modifie pas les niveaux de gris de l'image ; en d'autres termes les changements des conditions climatiques ne causent pas des changements de niveaux de gris des pixels mais

plutôt leurs simple déplacements. D'où, l'intérêt d'utiliser la technique d'acquisition d'images obtenues par atténuation des rayons X pour le calcul de la déformation libre sans contact.

### II-3. Présentation du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental d'acquisition d'images par atténuation des rayons X utilisés dans ce travail (*figureIV.11*) a été développé au LERMaB. Il se base sur une source qui émet continuellement un faisceau de rayons X sur un échantillon situé dans le même axe. Les rayons atténués, en traversant l'échantillon, seront convertis à l'aide d'un scintillateur en rayons visibles. Un prisme sert à orienter les rayons obtenus vers un détecteur muni d'un capteur CCD qui est refroidi pour l'acquisition des images. L'échantillon est introduit dans une chambre connectée à un générateur externe d'air humide pour contrôler les conditions climatiques.



*figureIV.11 : Dispositif d'acquisition d'images par rayon X*

Une présentation des caractéristiques et des performances des principaux constituants du dispositif expérimental est proposée ci-dessous.

#### II-3-1. Une source de rayon X

La source micro focale (HAMAMATSU, L6781-01) émet un rayonnement polychromatique à partir d'un spot de  $8 \mu\text{m}$  de diamètre. Elle est composée d'un tube d'émission X et une unité de contrôle qui permet d'ajuster la tension accélératrice entre 8 et 80 KV entre la cathode et l'anticathode conçue en Tungstène ( $Z=74$ ). Le courant maximal circulant dans le filament du

tube X est limité à  $100 \mu A$ , ce qui induit des durées d'exposition assez longues. La longueur d'onde du faisceau des rayons X produit est réglée en agissant sur la tension accélératrice et l'intensité du courant produit.

### *II-3-2. Un scintillateur*

Le scintillateur est un convertisseur de longueur d'onde des photons, son rôle est d'absorber l'énergie du rayonnement X qu'il reçoit et de la réémettre dans une autre gamme de longueur d'onde du visible. Le scintillateur se compose généralement d'une matière active et d'un support, il est caractérisé par la nature de la matière active, la forme, l'épaisseur, le rendement lumineux et la résolution spatiale.

En tenant compte de la gamme de température et de l'énergie des rayons X utilisés, Badel [3] a choisi un scintillateur en iodure de césium dopé au Thallium qui offre une composition morphologique uniforme et régulière permettant de guider les ondes avec un minimum de diffusion le long de l'épaisseur ( $150 \mu m$ ). L'hygroscopicité modérée de l'iodure de césium permet d'éviter les perturbations lors du changement des conditions climatiques.

### *II-3-3. Un détecteur*

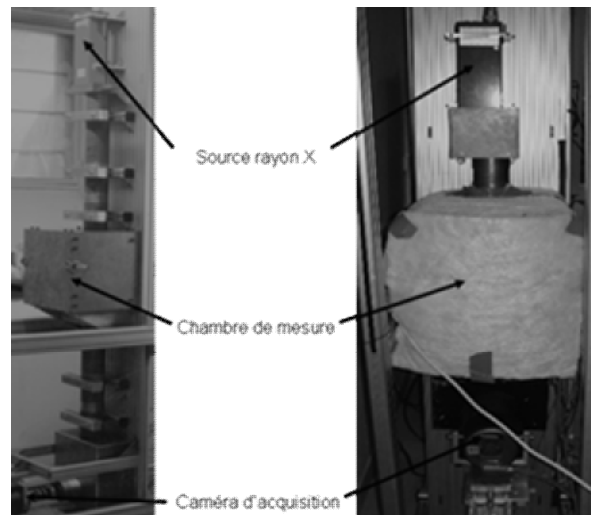
Le détecteur sert à enregistrer le signal cumulé émis par le scintillateur, pendant une longue période. Pour obtenir un bruit de lecture et un courant d'obscurité très faible, il doit être refroidi. D'où le choix d'une caméra RTEA/CCD-1317-K ayant la possibilité de refroidissement du CCD jusqu'à une température de  $-35^{\circ}C$ , un courant d'obscurité réduit à 15 électrons/pixel/heure et un bruit négligeable de lecture de 8/45000 électrons [4]. Cette caméra est basée sur un détecteur Kodak KAF-1400 de haute résolution :  $1317 \times 1035$  pixels, et pilotée par un PC sur lequel sont enregistrées les données via un contrôleur.

### *II-3-4. Une chambre conditionnée*

La chambre de mesure doit assurer une étanchéité aux rayons X pour éviter les fuites du rayonnement qui peut nuire à la santé des utilisateurs. Elle doit offrir la possibilité de réguler la température et l'humidité relative pendant des périodes assez longues avec une bonne précision pour assurer la stabilité des échantillons. Le changement des conditions climatiques ne doit pas influencer les conditions d'acquisition.

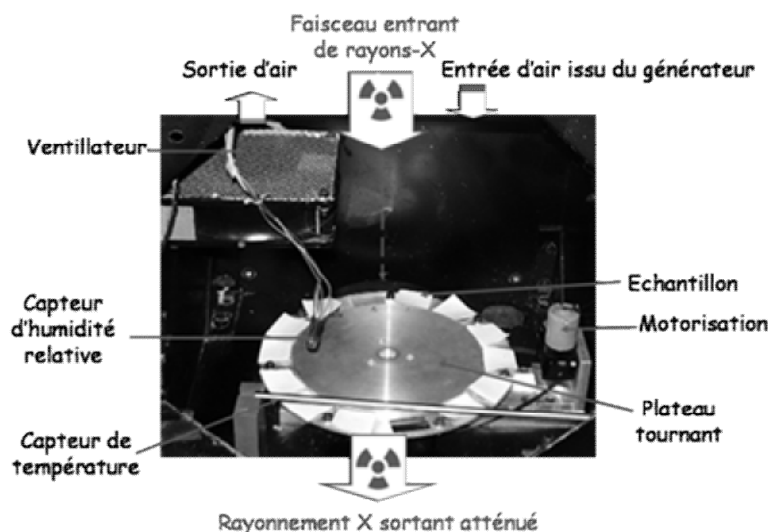
Pour répondre à toutes ces exigences, Badel [3] a conçu un boîtier en plomb imperméable aux rayons X et forme une ambiance noire pour éviter les perturbations des acquisitions. La régulation de la température et l'humidité est assurée par un générateur externe de vapeur d'eau [4].

La vapeur d'eau est produite à la surface libre d'un bain d'eau régulée à la température de point de rosée à l'aide d'un thermocryostat et en contact direct avec un air confiné contrôlé à une température fixe par un régulateur PID. L'échange entre les deux fluides de températures et d'humidités différentes sera accéléré par un ventilateur à vitesse réglable. A l'aide de deux tuyaux hermétiques, la quantité de vapeur produite sera véhiculée à la chambre de mesure.



figureIV.12 : La chambre conditionnée avant (gauche) et après (droite) isolation

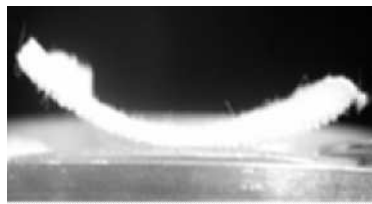
Pour améliorer l'isolation thermique de la chambre de mesure conçue initialement en plomb de conductivité thermique  $\lambda = 35,3W / m.K$ , nous l'avons enveloppé par une couche de laine de verre de conductivité thermique  $\lambda = 0,04W / m.K$  (figureIV.12). Ainsi l'augmentation de la résistance thermique des parois permet de réduire les déperditions thermiques et ainsi d'augmenter la température à la surface intérieur de la boîte .ceci permet une meilleure régulation de l'humidité relative pour des valeurs de consignes élevées.



figureIV.13 : Image de l'intérieur de la chambre isolée

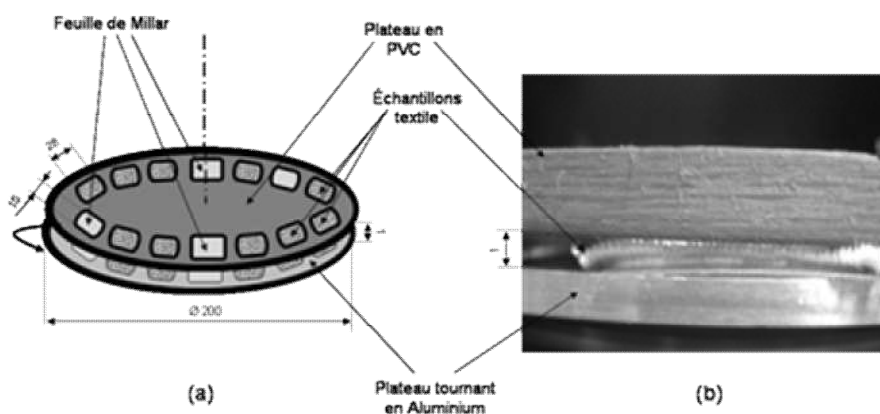
A l'intérieur de la chambre de mesure (*figureIV.13*), deux capteurs de température et d'humidité relative sont utilisés pour le contrôle des conditions climatiques, un ventilateur pour homogénéiser l'ambiance et un porte échantillon sous forme de plateau circulaire métallique contenant 14 fenêtres couvertes par des feuilles de Mylar de  $100\ \mu\text{m}$  d'épaisseur transparent aux rayons X. Les échantillons sont simplement déposés sur la feuille de Mylar pour assurer une déformation libre. Le porte échantillon offre la possibilité d'introduire 12 échantillons simultanément dans les mêmes conditions expérimentales. Un moteur à commande manuelle externe permet, donc, de basculer d'un échantillon à un autre sans modifier les conditions expérimentales. Deux fenêtres sont laissées libres pour les corrections ultérieures des images acquises.

Les expériences préliminaires ont montré que l'échantillon déposé librement sur la plaque s'est enroulé lors du séchage (*figureIV.14*) ce qui provoque un déplacement sous l'effet de la ventilation interne dans la chambre perturbant notre mesure de déformation.



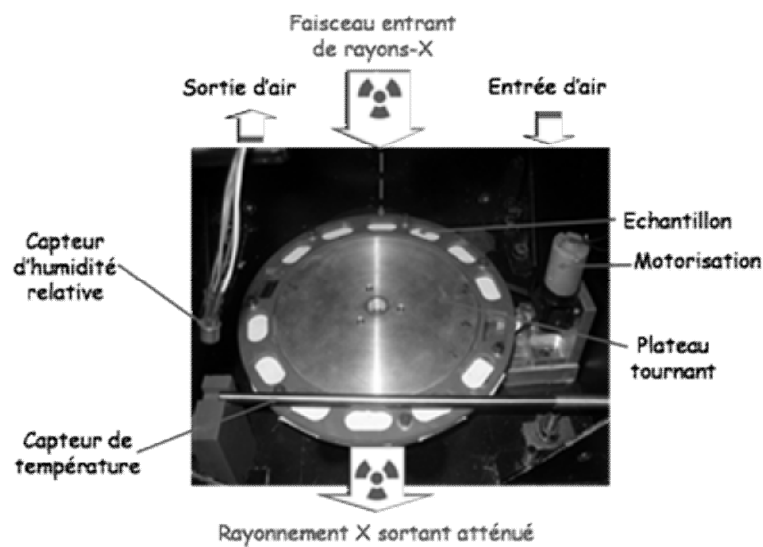
*figureIV.14: Enroulement de l'échantillon après séchage*

Pour empêcher l'enroulement des échantillons en conservant une déformation libre dans le plan, nous avons conçu une plaque en PVC de forme bien étudiée (*figureIV.15*) concentrique et située à quelques millimètres du plateau tournant. Et nous avons déposé nos échantillons en sandwich entre les deux plaques pour empêcher la déformation dans la direction des Z. l'échantillon reste libre dans les directions du plan considérées durant les acquisitions d'images.



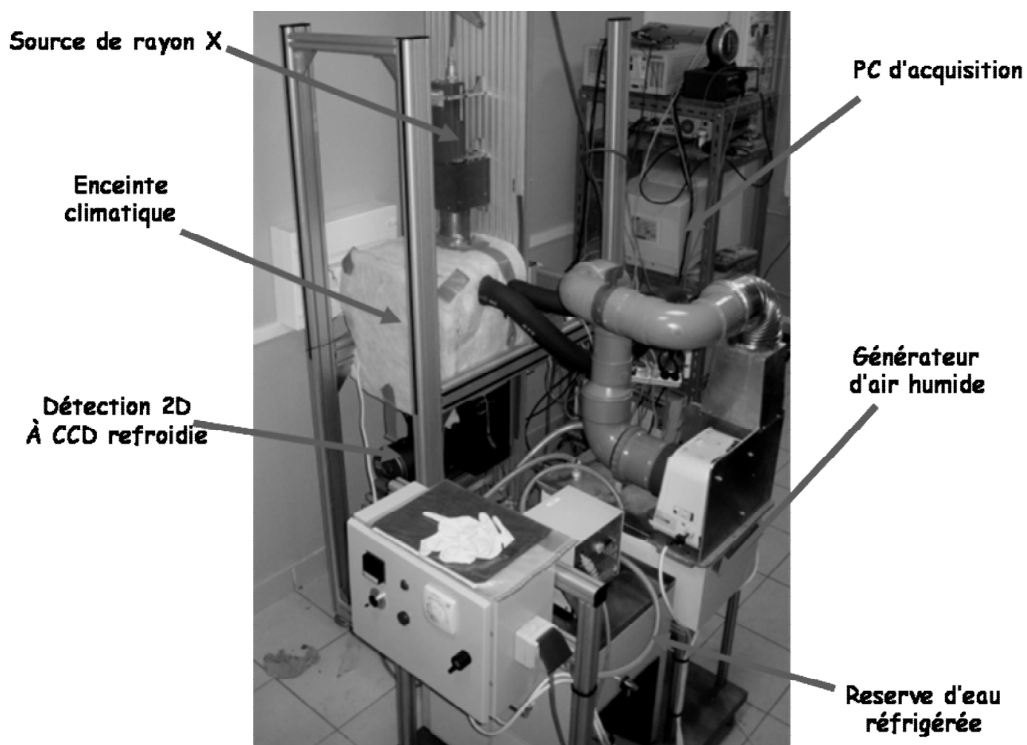
*figureIV.15: Le porte échantillon*

Les améliorations dans le porte échantillon à l'intérieur de la chambre conditionnée nous a permis d'avoir un dispositif adapté pour les mesures sur les étoffes textiles. La figureIV.16 montre la disposition des différents éléments à l'intérieur de la chambre conditionnée suite aux améliorations requises.



*figureIV.16 : Image de la chambre conditionnée après amélioration*

Le dispositif expérimental (*figureIV.17*) est piloté à l'aide d'un logiciel développé au LERMaB et écrit en Visual Basic pour l'acquisition des images et le contrôle des conditions climatiques données par les capteurs de température et d'humidité relative.



*figureIV.17 : Le dispositif expérimental utilisé*

### III. Les réglages et les corrections effectués

Avant d'utiliser le dispositif conçu, nous avons procédé à quelques expériences préliminaires permettant de faire les réglages nécessaires pour réduire le bruit de mesure et assurer un processus expérimental reproductible.

#### III-1. Mise au point de la caméra

Le réglage optique de la caméra sur le scintillateur est réalisé par le déplacement de la caméra sur une platine équipée d'une vis micrométrique afin d'ajuster la distance prisme–caméra.

Pour caractériser la résolution spatiale d'un dispositif d'imagerie X, il existe différentes techniques qui consistent à déterminer la Fonction de Transfert de Contraste (FTC) définie par le rapport entre l'écart des intensités effectives des pixels de l'image et l'écart des intensités absolues causées par la présence du support et du plomb :

$$FTC = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max_{abs}} - I_{\min_{abs}}} \quad IV.3$$

Avec  $I_{\max}$  : intensité maximale des pixels de l'image

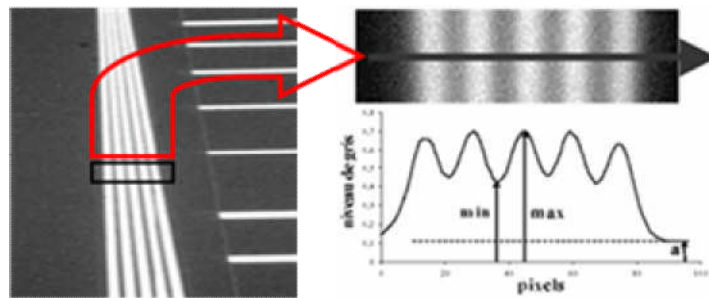
$I_{\min}$  : intensité minimale des pixels de l'image

$I_{\max_{abs}}$  : intensité des pixels en traversant le support

$I_{\min_{abs}}$  : intensité des pixels en traversant le plomb et le support

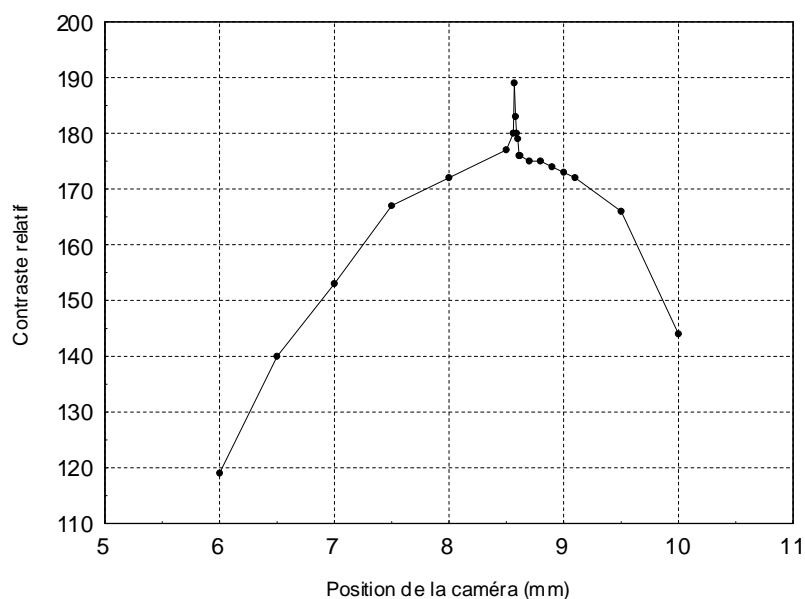
Différentes méthodes expérimentales [3] ont été mises au point afin de maximiser la fonction objective ( $FTC \approx 1$ ). Nous citons la méthode du trou pour simuler l'impulsion de Dirac, la méthode de bord en simulant la fonction Heaviside et la méthode de la mire pour représenter la réponse à une fonction oscillatoire. Pour de plus amples détails sur ces techniques et leurs modes d'élaboration, Kaftandjian *et al.* [29] et Zhu *et al.* [58, 59] ont comparé l'efficacité de ces méthodes et les précisions appropriées.

Nous avons utilisé la méthode de la mire, pour sa simplicité de mise en œuvre, en se servant d'une mire constituée d'un faisceau de lignes convergentes en plomb de  $30\mu m$  d'épaisseur maintenue entre deux plaques en plastique.



figureIV.18 : Représentation du niveau de gris sur une section de la mire prise par rayons X

Un profil du niveau de gris réalisé perpendiculairement aux lignes (figureIV.18) permet de représenter le contraste en fonction de l'emplacement des pixels sur la mire. La fonction FTC est calculée pour différentes positions de la caméra. La distance recherchée est celle qui permet de maximiser le contraste. En pratique, nous avons mesuré l'écart optimum des niveaux de gris obtenus suite à l'exposition de la mire aux rayons X pour différentes positions de la caméra par rapport au prisme. L'allure du contraste obtenu est représentée dans la figureIV.19.



figureIV.19 : Le contraste relatif de la caméra en fonction de la distance prisme caméra

La figureIV.19 montre que la caméra lors de son déplacement par rapport au prisme présente une valeur pour laquelle le contraste relatif est maximum. Cette valeur correspond à une distance de la caméra sur la platine de 8,57 mm.

### III-2. Correction des images

Une image peut être entachée de nombreux défauts qui peuvent provenir de l'irrégularité des rayons émis par la source de rayons X, des taches sur le scintillateur ou dans l'offset de la

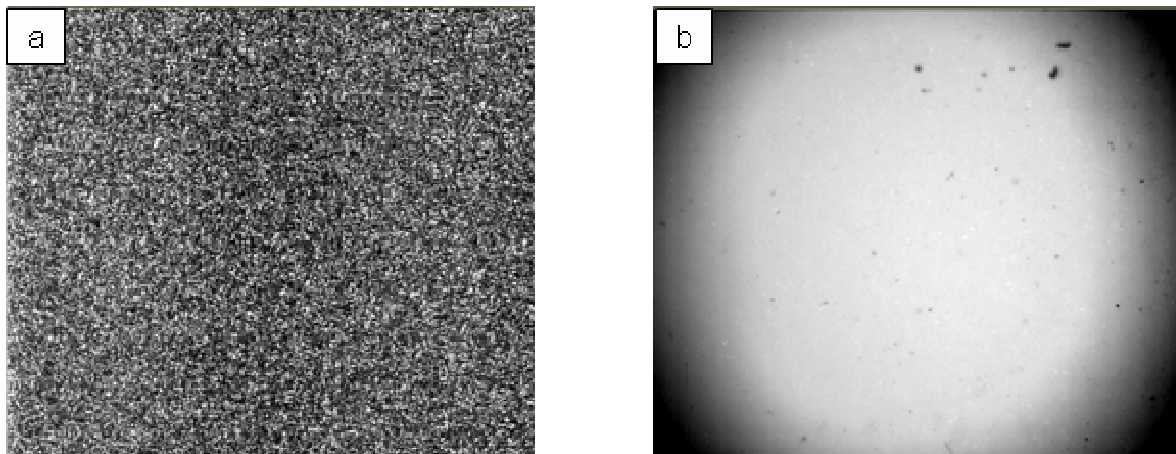


caméra d'acquisition. Ce qui nécessite l'usage des corrections plus ou moins complexes dont certaines sont liées aux matériels utilisés et d'autres aux paramètres d'acquisition. Nous présenterons les corrections requises pour réduire ces effets.

### III-2-1. Correction de base

L'acquisition d'une image lorsque la source des rayons X est éteinte, pour chaque condition climatique étudiée, permet de détecter tous les défauts causés par les fuites de lumière extérieure qui provoquent un offset non nul de la caméra. Cette image, appelée « background » (*figureIV.20-a*), sera soustraite numériquement de chaque image brute acquise lorsque la source de rayon X est en marche.

Les erreurs causées par les irrégularités du faisceau des rayons X et les défauts sur le scintillateur sont corrigées par l'usage d'un filtre composé des images réalisées sans échantillons (*figureIV.20-b*) dans les conditions hydriques choisies. Ce filtre est appelé « Flat Field ».



*figureIV.20 : Image des filtres correctifs : a-le background, b- le flat field*

L'image finale est calculée, à chaque pixel  $(x, y)$ , par l'équation suivante :

$$\text{Image}(x, y) = \frac{\text{Image}_{\text{initiale}}(x, y) - \text{Background}(x, y)}{\text{Flatfield}(x, y) - \text{Background}(x, y)} \quad \text{IV.4}$$

### III-2-2. Correction par filtre médian temporel

Pendant la durée d'acquisition, différents bruits peuvent altérer la qualité d'une image tel que les bruits relatifs à la caméra ou les parasites causées par les rayons cosmiques, qui peuvent atteindre le scintillateur ou le CCD pour provoquer des enregistrements aberrant pendant une durée limitée dans le temps.

Un traitement classique consiste à accumuler plusieurs images afin de moyenniser le signal reçu tout au long de l'acquisition, ce traitement limite l'influence des points aberrants selon la quantité d'images accumulées mais il ne les élimine pas. Nous avons donc trouvé qu'il est préférable d'enregistrer l'intensité la plus fréquente à chaque pixel (x, y) pour la formation de l'image accumulée. Un film médian appliqué à un nombre impair d'images successives du même échantillon permet d'obtenir ce résultat.

### *III-2-3. Amélioration des paramètres d'acquisition*

L'intensité du rayonnement incident et la mémoire allouée à l'acquisition revêtent une importance capitale sur la qualité de l'image, en effet, le nombre de photons détectés influe sur le rapport signal/bruit et sur la durée de saturation des pixels.

Les paramètres qui influent sur le nombre de photons X détectés par le capteur sont :

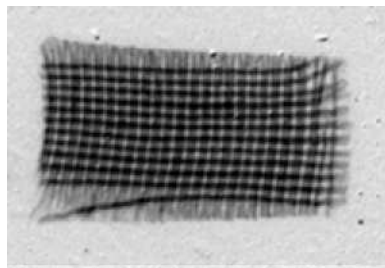
- **La tension d'alimentation** : c'est le premier facteur qui agit sur l'intensité émise puisqu'elle représente le coefficient d'accélération aux bornes du tube, ce qui influe sur l'énergie des photons.
- **L'intensité du courant** : le flux de photons X augmente proportionnellement avec l'intensité de courant dans le filament du tube. Comme nous cherchons à maximiser le flux émis par la source, alors nous l'avons choisi constant à sa valeur maximale de  $100 \mu A$ .
- **La durée d'acquisition** : la caméra permet d'enregistrer un signal croissant linéairement en fonction de la durée d'acquisition codée sur 12 bits d'où une limitation de l'intensité maximale par pixel à 4095 coups.
- **Les super pixels (Binning)** : il s'agit de grouper le nombre de photons détectés sur un ensemble de pixel voisins. Ce qui provoque une réduction de la résolution spatiale de l'image et une augmentation de la valeur de saturation de l'image. On note que tout le long de cette étude nous avons utilisé la technique de Binning  $3 \times 3$ .

Badel [3] en 1999, a estimé la relation entre le bruit ( $\sigma$ ) qui représente l'écart type des niveaux de gris entourant la valeur moyenne de l'image et le signal qui représente le contraste enregistré à chaque pixel de l'image en fonction de la durée d'acquisition, de l'épaisseur des échantillons et de la tension d'accélération des photons. Il a montré que l'augmentation de la tension d'accélération permet de réduire le bruit selon une fonction hyperbolique de la durée d'acquisition et de réduire le signal selon une fonction linéaire de la durée d'acquisition et une

fonction parabolique de l'épaisseur des échantillons. Mais, pour avoir des images nettes, il faut optimiser le rapport signal/bruit. En d'autre terme, il faut chercher pour une épaisseur donnée et une durée d'acquisition optimale, la meilleure résolution spatiale qui permet de donner le meilleur contraste. L'étude a montré que pour des épaisseurs inférieures à 4mm, l'augmentation de la tension permet d'augmenter le rapport signal/bruit. De ce fait, tout le long des expériences, nous avons utilisé une durée d'acquisition de 39 minutes pour 26 images à durée d'exposition de 90 secondes, dans les conditions de 70 KeV, 100  $\mu$ A en utilisant des super pixels (Binning) 3 $\times$ 3.

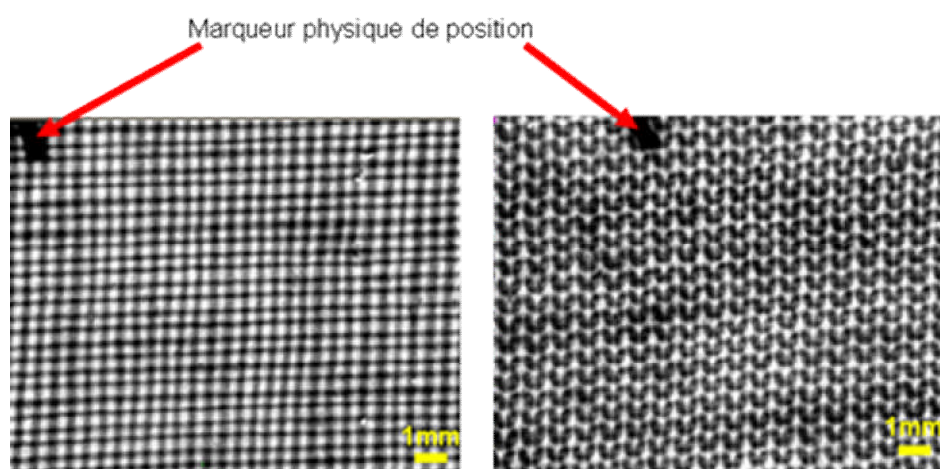
### III-3. Dimensionnement des échantillons

Pour éviter l'effet de bords des échantillons où les fils sont mal repartis sous l'effet de la coupe (*figureIV.21*), nous avons choisi des échantillons de dimensions 30 mm x 25 mm, nous les avons centré par rapport au faisceau de rayons X et nous les avons stabilisés dans l'ambiance du laboratoire pendant une période de 25 heures, avant de les utiliser.



*figureIV.21 : Image d'un tissu Toile de faible dimension*

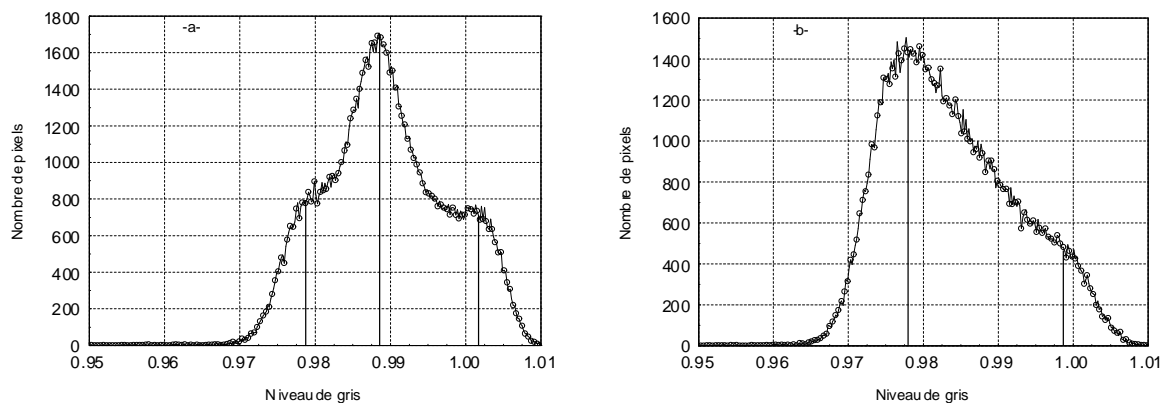
Nous avons utilisé le dispositif expérimental (*figureIV.17*) pour acquérir des images d'un échantillon en tissu Toile et d'un échantillon en tricot Jersey (*figureIV.22*).



*figureIV.22 : Images d'un tissu Toile (gauche) et d'un tricot Jersey (droite) obtenues par atténuation des rayons X*

Nous remarquons que les deux images présentent une allure périodique en rapport avec la trajectoire des fils dans les étoffes, alors nous avons posé sur les échantillons une pastille en acier (*figureIV.22*) qui présente un coefficient d'atténuation aux rayons X plus fort pour pouvoir se repérer sur les images au moment des analyses.

Pour étudier les informations données par les images, nous avons dressé les histogrammes respectifs à chaque type d'étoffe dans la *figureIV.23*.



*figureIV.23 : Histogrammes respectifs de l'image du tissu (-a-) et de l'image du tricot (-b-)*

En partant du principe que plus le niveau de gris est élevé plus l'image est blanche, nous avons analysé les histogrammes du tissu et du tricot et nous avons remarqué que celui du tissu (*figureIV.23-a-*) présente un maximum absolue au niveau de 0.989 qui correspond aux fils entourés par deux pics en 1.002 qui correspond aux pores et 0.979 qui correspond aux croisement. Tandis que pour le tricot (*figureIV.23-b-*) nous constatons l'existence d'un pic absolue au niveau de 0.978 qui correspond aux entre bouclages et un pic au niveau de 0.999 qui correspondent aux pixels représentant les pores du tricot ce qui montre que la distribution des pixels appartenant à l'entre bouclage des fils dans un tricot est le plus dominant sur la totalité de la surface, ce qui illustre l'effet plus épais des tricots par rapport aux tissus (dominance des fils en simple épaisseur).

#### **IV. La méthode de mesure de la déformation par analyse d'images**

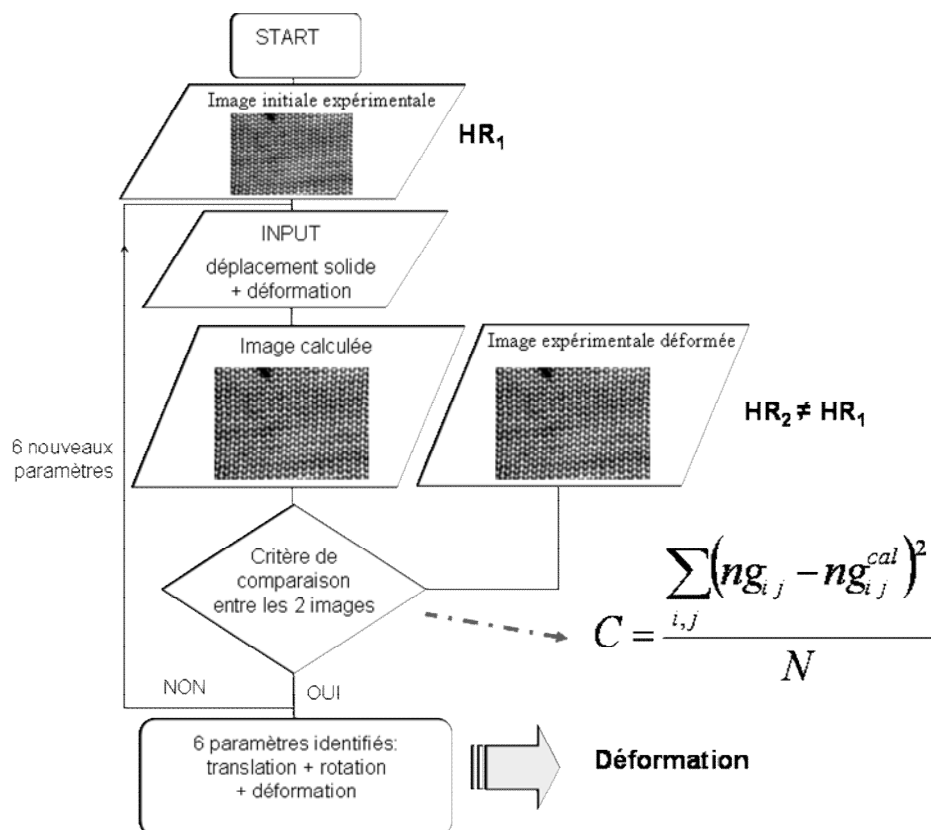
La mesure de la déformation par analyse d'images est une technique non destructive et sans contact qui permet d'observer la structure globale du matériau et d'identifier certaines caractéristiques mécaniques en profitant des agrandissements offerts par les caméras d'acquisition. Plusieurs travaux de recherche ont été développés dont nous citons ceux qui s'intéressent à extraire les informations nécessaires à la reconstitution d'une image à partir

d'un champ visuel différent (Mc Millan [36], Shade et al [54], Chang et al [15]) et ceux qui s'intéressent à l'identification de certaines caractéristiques physiques en utilisant la méthode de corrélation d'images développée par Chao et Sutton en 1988 [16,17] ou la méthode d'analyse globale développée par Lahbabi et al en 1995 [32].

Nous présenterons, dans ce paragraphe, le principe d'identification des paramètres physiques des matériaux par analyse d'images et l'approche analytique pour le calcul du champ de déplacement géométrique et du champ mécanique de déformation. Ensuite, nous développerons les étapes de minimisation par la méthode de Simplexe afin d'identifier les coefficients de déformation d'une image.

#### IV-1. Méthode d'analyse globale

La procédure de calcul de la déformation par analyse d'image est une méthode inverse (procédure itérative) qui consiste à estimer les composantes du champ de déformation, de translation et de rotation pour définir une image calculée. La différence entre l'image déformée réelle et l'image déformée calculée est quantifiée par une fonction objective  $C$ , fonction des niveaux de gris des images. Cette fonction objective sera ensuite minimisée pour définir les paramètres estimés (figureIV.24).



figureIV.24 : Organigramme de calcul de la déformation par la méthode d'analyse globale

La fonction objective  $C$  repose sur une approximation de l'écart par les moindres carrés.

$$C = \frac{\sum_{i',j'} (ng_{i'j'} - ng_{i'j'}^{cal})^2}{N} \quad IV.5$$

Avec  $ng_{i'j'}$  : niveau de gris du pixel  $(i', j')$  dans l'image déformée.

$ng_{i'j'}^{cal}$  : niveau de gris du pixel  $(i', j')$  dans l'image calculée.

$N$  : nombre de pixels total de l'image.

Pour évaluer la méthode d'analyse globale, Lahbabi et al [32] ont comparé leurs résultats à ceux obtenus par la méthode de corrélation d'images et la méthode expérimentale de l'extensomètre et ils ont prouvé qu'en plus de la bonne précision (de l'ordre de  $10^{-5}$ ) leur méthode permet d'accéder aux coefficients de poisson et au module d'élasticité sans contact direct avec l'échantillon. Ce qui est très avantageux pour les mesures.

#### IV-1-1. Génération d'une image déformée

Pour établir l'expression mathématique qui permet de calculer analytiquement les coordonnées d'un point après déformation, nous avons considéré la configuration de la figure IV.25.

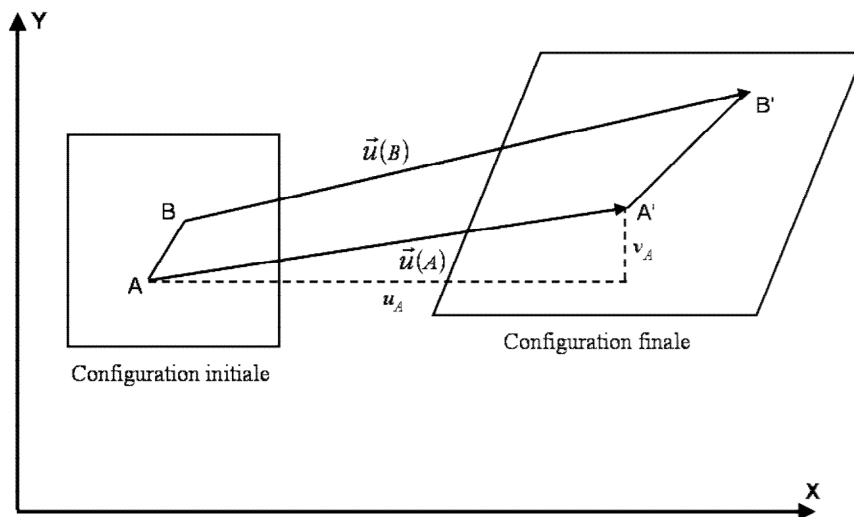


figure IV.25 : Représentation d'une surface avant et après déformation

On note par  $A$  et  $B$  deux points appartenant à la configuration initiale, ces points sont de coordonnées respectives  $A = (i_a, j_a)$ ,  $B = (i, j)$ , au cours de la transformation vers la configuration finale, la distance et l'angle d'orientation linéaire de ces points seront modifiés pour former respectivement  $A'$  et  $B'$  de coordonnées  $A' = (i'_a, j'_a)$ ,  $B' = (i', j')$ .

On note que le vecteur translation  $\vec{u}(A)$  de l'image initiale à l'image finale est défini par la différence entre les coordonnées du point  $A$  et de son image  $A'$  sur l'image déformée

$$\vec{u}(A) = \begin{bmatrix} u_A \\ v_A \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} i'_a - i_a \\ j'_a - j_a \end{bmatrix}$$

A partir de la représentation géométrique de la figure IV.25, nous pouvons écrire la relation vectorielle suivante :

$$\overrightarrow{A'B'} = \overrightarrow{AB} + \vec{u}(B) - \vec{u}(A) \quad IV.6$$

avec  $\overrightarrow{A'B'} = \begin{bmatrix} i' - i'_a \\ j' - j'_a \end{bmatrix}$  et  $\overrightarrow{AB} = \begin{bmatrix} i - i_a \\ j - j_a \end{bmatrix}$

Si  $A$  est au voisinage de  $B$ , nous pouvons écrire la formule de Taylor au 1<sup>er</sup> ordre pour obtenir :

$$\vec{u}(B) - \vec{u}(A) = \overline{\overline{U}} \cdot \overrightarrow{AB} \quad IV.7$$

Où  $\overrightarrow{AB} = \begin{bmatrix} di \\ dj \end{bmatrix}$  et  $\overline{\overline{U}}$  est le gradient du champ de déplacement qui peut être décomposé, dans

le cas des petites perturbations (H.P.P), en somme d'un tenseur symétrique  $\overline{\overline{\varepsilon}}$  et d'un tenseur antisymétrique  $\overline{\overline{\omega}}$  :

$$\overline{\overline{U}} = \overline{\overline{\varepsilon}} + \overline{\overline{\omega}} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} + \omega_{12} \\ \varepsilon_{12} - \omega_{12} & \varepsilon_{22} \end{bmatrix} \quad IV.8$$

Les composantes de  $B'$  sont alors définies à partir des expressions de l'équation IV.7 et l'équation IV.8 par :

$$\boxed{\begin{matrix} i' = i + u_A + \varepsilon_{11}di + \varepsilon_{12}dj + \omega_{12}dj \\ j' = j + v_A + \varepsilon_{12}di - \omega_{12}di + \varepsilon_{22}dj \end{matrix}} \quad IV.9$$

Avec :  $\omega_{12}$  composante du tenseur rotation,

$\varepsilon_{11}$  déformation selon la direction Ox,

$\varepsilon_{22}$  déformation selon la direction Oy,

$\varepsilon_{12}$  cisaillement,

$u_A$  composante du déplacement du point A selon la direction Ox ( $u_A = \vec{u}(A) \cdot \vec{x}$ )

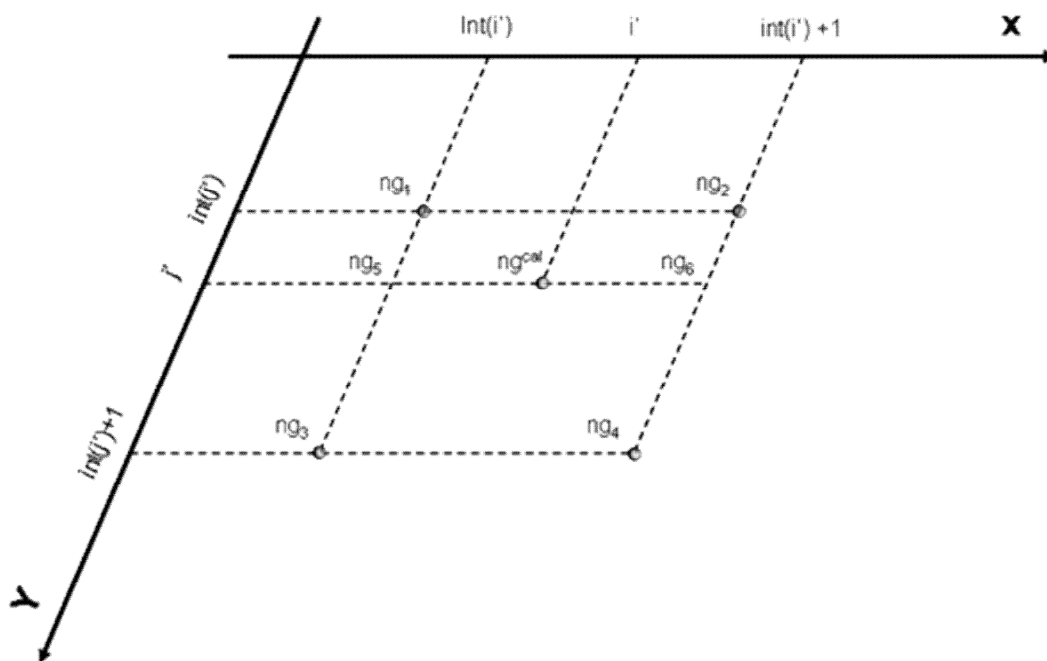
$v_A$  composante du déplacement du point A selon la direction Oy ( $v_A = \vec{v}(A) \cdot \vec{y}$ )

Pour déterminer les coordonnées d'un point dans la configuration finale, dans le cadre des petites perturbations, il suffit d'appliquer les coefficients du tenseur déformation ( $\varepsilon_{11}, \varepsilon_{12}, \varepsilon_{22}$ ) et les termes de déplacement solide ( $u, v, \omega_{12}$ ) de l'équation IV.9, aux coordonnées de la configuration initiale. Cependant, le point ainsi calculé à partir de chaque estimation des six paramètres précédents (3 pour le champ solidifiant et 3 pour la déformation) n'a plus des coordonnées entières. Afin de comparer son niveau de gris, transporté de l'image initiale, au niveau de gris de l'image déformée réelle, il faut une procédure d'interpolation.

#### IV-1-2. Procédure d'interpolation des niveaux de gris

Pour obtenir le niveau de gris de l'image déformée réelle à des valeurs non-entières de coordonnées, nous avons utilisé une interpolation bilinéaire du niveau de gris à partir des 4 niveaux entourant la position  $i'$  et  $j'$ .

Nous notons que l'interpolation s'effectue selon la procédure de la figureIV.26.



figureIV.26 : Procédure d'interpolation des niveaux de gris [32]

Pour déterminer le niveau de gris d'un point  $B' = (i', j')$  d'une image bidimensionnelle à partir des quatre points voisins, une interpolation spatiale selon les deux axes doit être effectuée. En effet, l'interpolation, selon l'axe  $(Oy)$ , permet de calculer les niveaux de gris  $ng_5$  et  $ng_6$  à



partir des points indiqués sur la figure IV.26 par les coordonnées respectives  $(\text{int}(i'), j')$  et  $(\text{int}(i')+1, j')$ , de la façon suivante :

$$ng_5 = ng_1 \times (\text{int}(j') + 1 - j') + ng_3 \times (j' - \text{int}(j')) \quad IV.10$$

$$ng_6 = ng_2 \times (\text{int}(j') + 1 - j') + ng_4 \times (j' - \text{int}(j'))$$

Une interpolation des niveaux de gris selon (Ox), permet d'obtenir :

$$ng_{i'j'}^{cal} = ng_5 \times (\text{int}(i') + 1 - i') + ng_6 \times (i' - \text{int}(i')) \quad IV.11$$

Avec

- $\text{int}(i')$  : désigne la partie entière de la position de  $i'$  dans l'image,
- $ng_1$  : le niveau de gris du pixel  $(\text{int}(i'), \text{int}(j'))$  dans l'image déformée,
- $ng_2$  : le niveau de gris du pixel  $(\text{int}(i') + 1, \text{int}(j'))$  dans l'image déformée,
- $ng_3$  : le niveau de gris du pixel  $(\text{int}(i'), \text{int}(j') + 1)$  dans l'image déformée,
- $ng_4$  : le niveau de gris du pixel  $(\text{int}(i') + 1, \text{int}(j') + 1)$  dans l'image déformée,

## ***IV-2. Procédure de mesure de la déformation par la méthode de Simplexe***

Nous présentons ci-après les avantages de la méthode de Simplexe afin de minimiser l'écart entre l'image déformée réelle et l'image déformée calculée à partir de l'image initiale grâce à l'estimation des 6 paramètres libres.

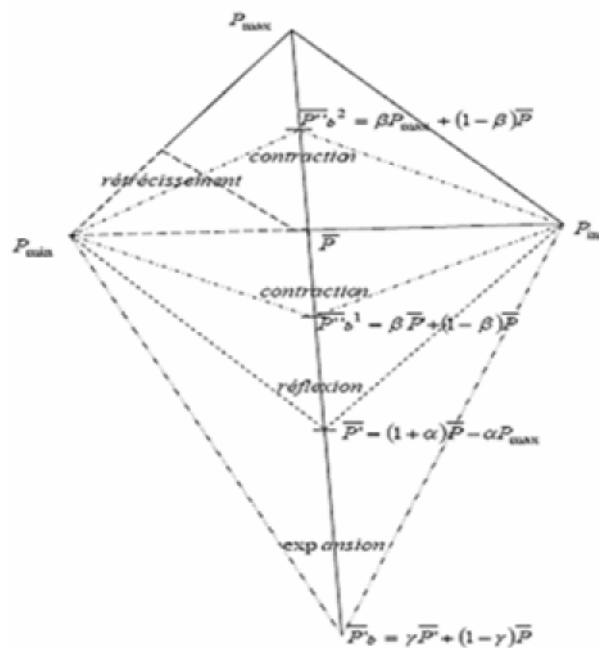
### ***IV-2-1. Principe de la méthode de Simplexe***

La méthode Simplexe a été introduite par Nelder et Mead [39] en 1965, elle se base sur le principe de la conception d'un polygone de volume non nul à partir des paramètres qui construisent le modèle. Les sommets de ce polygone (simplexe) subiront des transformations géométriques pour tendre vers un minimum global. Cette méthode présente une faible probabilité pour converger vers des minimums locaux, elle ne nécessite pas l'estimation du gradient ce qui favorise son usage pour les fonctions non différentiables. Par contre, il faut mentionner que l'algorithme de Simplexe ne converge pas dans le cas des fonctions strictement convexe et le cas des fonctions à nombre de paramètres important.

Les itérations de l'algorithme de Simplexe correspondent à des simples opérations algébriques sur les sommets du polygone pour effectuer des transformations géométriques élémentaires (réflexion, contraction, expansion et rétrécissement). La transformation subie à chaque itération dépend uniquement d'une série de comparaison entre les valeurs de la fonction

objective correspondantes aux points calculés et celles des sommets du polygone pour remplacer le plus mauvais sommet (maximum) par le nouveau point déterminé [31]. Ainsi le polygone se réfléchit, s'étend, se contracte selon l'allure de la fonction jusqu'à ce qu'il s'approche de l'optimum.

Les transformations géométriques possibles d'un simplexe construit pour la minimisation d'une fonction à deux variables sont données dans la figureIV.27. Ce simplexe se présente sous forme d'un triangle, dont les sommets sont triés par ordre croissant pour extraire le maximum, le minimum et l'intermédiaire, notés respectivement par les indices, max, min et int.



figureIV.27 : Les transformations géométriques possibles d'un simplexe pour minimiser une fonction objective à deux variables par la méthode de Downhill

Avant d'appliquer les transformations au triangle plusieurs cas [39] peuvent être posés. Une comparaison entre la valeur de la fonction objective  $\bar{P}'$  du symétrique de  $P_{\max}$  par rapport au barycentre  $\bar{P}$  des autres variables sera comparée à la valeur minimale  $P_{\min}$ . Deux cas seront posés : si la valeur de  $\bar{P}'$  est inférieure à la valeur minimale  $P_{\min}$ , une étude de l'expansion sera posée pour voir si nous pouvons trouver un point  $\bar{P}'_b$  plus loin dans la même droite dont la fonction objective aura une valeur inférieure à  $P_{\min}$  pour remplacer le sommet du maximum  $P_{\max}$ . Sinon elle pourrait prendre la valeur de  $\bar{P}'$  au cas où sa valeur est inférieure à celle de l'intermédiaire  $P_{\text{int}}$ .

Si la valeur de la fonction objective du point symétrique  $\bar{P}'$  est supérieure à celle du point  $P_{\text{int}}$ , une contraction intérieure  $\bar{P}'_b{}^2$  ou extérieure  $\bar{P}'_b{}^1$  sera effectuée selon l'ordre de grandeur de  $\bar{P}'$  par rapport à  $P_{\text{max}}$ . Un rétrécissement du simplexe sera envisagé au tour de  $P_{\text{min}}$  si la valeur du point contracté  $\bar{P}'_b$  est supérieure à celle de  $P_{\text{max}}$ .

#### IV-2-2. Application de la méthode de Simplexe

Pour calculer les coefficients de déformation 2D des matériaux textiles par traitement d'images obtenues par atténuation des rayons X, nous nous proposons d'utiliser la méthode de Simplexe "Downhill" expliqué ci-dessus pour sa précision dans le cas des fonctions multidimensionnelles à variables indépendantes sans nécessité de passer par des dérivations. Nous présenterons dans ce paragraphe la procédure de calcul suivie pour l'identification des paramètres de déformation mécanique et leurs ordres de précision.

Le calcul des coefficients de déformation consiste à appliquer la procédure de la figure IV.24 à une zone de l'image initiale en introduisant des valeurs estimées initiales de la rotation ( $\omega_{12}$ ) et des déformations ( $\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}$ ) et de cisaillement ( $\varepsilon_{12}$ ). Nous notons que la translation initiale ( $u, v$ ) sera calculée d'une façon automatique à partir de l'identification de la position d'un point de référence sur l'image initiale et son nouvel emplacement dans l'image déformée [3].

Ces paramètres initiaux seront utilisés pour la constitution de la matrice de Simplexe décrite dans l'équation IV.12.

$$S = \begin{bmatrix} u & u + du & u & u & u & u & u \\ v & v & v + dv & v & v & v & v \\ \omega_{12} & \omega_{12} & \omega_{12} & \omega_{12} + d\omega_{12} & \omega_{12} & \omega_{12} & \omega_{12} \\ \varepsilon_{11} & \varepsilon_{11} & \varepsilon_{11} & \varepsilon_{11} & \varepsilon_{11} + d\varepsilon_{11} & \varepsilon_{11} & \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{12} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{12} + d\varepsilon_{12} & \varepsilon_{12} \\ \varepsilon_{22} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{22} + d\varepsilon_{22} \end{bmatrix} \quad IV.12$$

Chaque colonne  $j$  de la matrice de Simplexe notée  $P(j)$  constitue un ensemble de paramètres qui sera utilisé pour le calcul d'une image déformée. Ces images calculées seront comparées à l'image expérimentale déformée pour l'estimation de la fonction objective  $C(j)$  de l'équation IV.5. Le problème se réduit à la recherche du meilleur vecteur  $P$  qui permet de minimiser la fonction  $C$  par des substitutions linéaires entre les colonnes pour le calcul d'un critère de convergence  $F$ .

$$F = \frac{2 \times |C(j)_{\max} - C(j)_{\min}|}{|C(j)_{\max}| + |C(j)_{\min}|} \quad IV.13$$

Les paramètres de déformation sont identifiés lorsque le critère de convergence prend une valeur inférieure à  $10^{-12}$ . Dans ce cas, la colonne qui présente la valeur minimale  $C_{\min}$  est celle qui indique les paramètres recherchés.

En se référant à Nelder et Mead [39] et l'étude comparative sur le choix des paramètres d'expansion, de contraction et de rétrécissement et leur influence sur la stabilité des résultats et la rapidité de convergence, nous avons choisi, tout au long de notre étude, un coefficient 2 pour l'expansion et un coefficient de 0,5 pour la contraction et le rétrécissement.

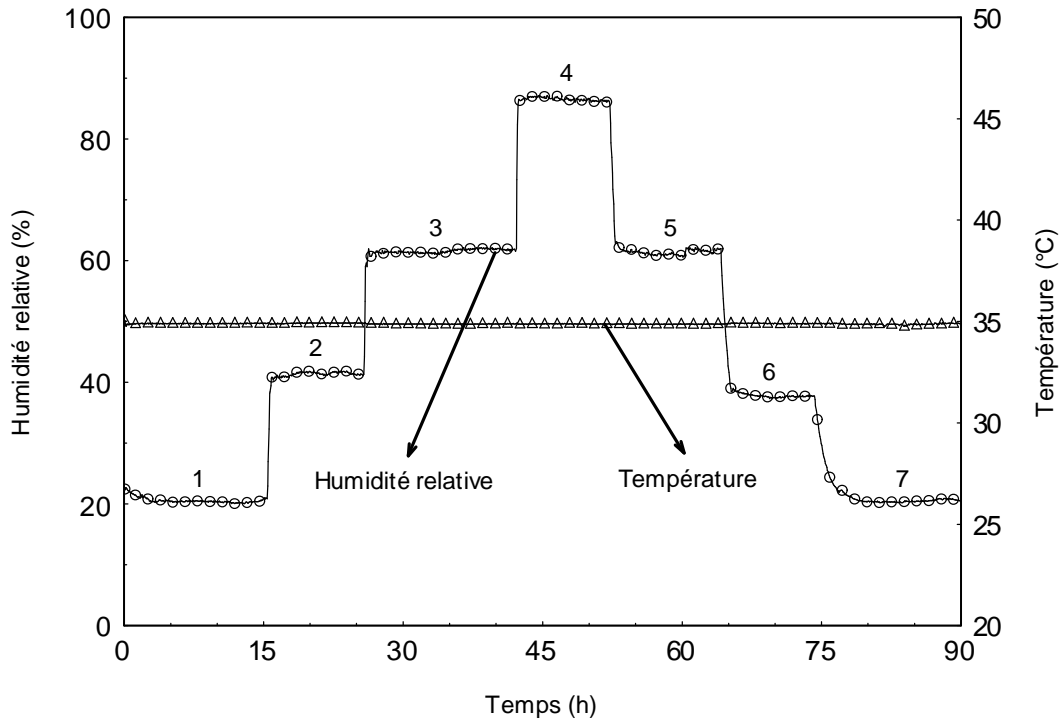
## **V. Etude du comportement du Jersey en coton**

Nous nous proposons de mesurer la déformation libre du tricot Jersey en coton sous la variation des conditions hydriques. Les images obtenues par atténuation des rayons X aux différents états d'humidités relatives considérées sont traitées par la méthode d'analyse globale d'images afin de mesurer la déformation plane dans les directions principales et le cisaillement associé. Des images prises par le microscope électronique environnemental sont obtenues pour interpréter les résultats trouvés.

### ***V-1. Le protocole de mesure de la déformation***

Nous avons utilisé le dispositif d'acquisition d'images obtenues par atténuation des rayons X, pour acquérir une image de la structure globale du tricot pendant un cycle continu d'adsorption/désorption. Pour cela, nous avons choisi une température sèche de  $35^{\circ}\text{C}$ , rapprochant la température cutanée de l'être humain, et nous avons varié la concentration de vapeur d'eau dans l'air pour parcourir la plage entre 20% et 87% en passant par 4 paliers successifs : 20% - 41% - 62% - 87%. La figure IV.28 montre la variation de l'humidité relative et de la température en fonction du temps tout le long de l'expérience.

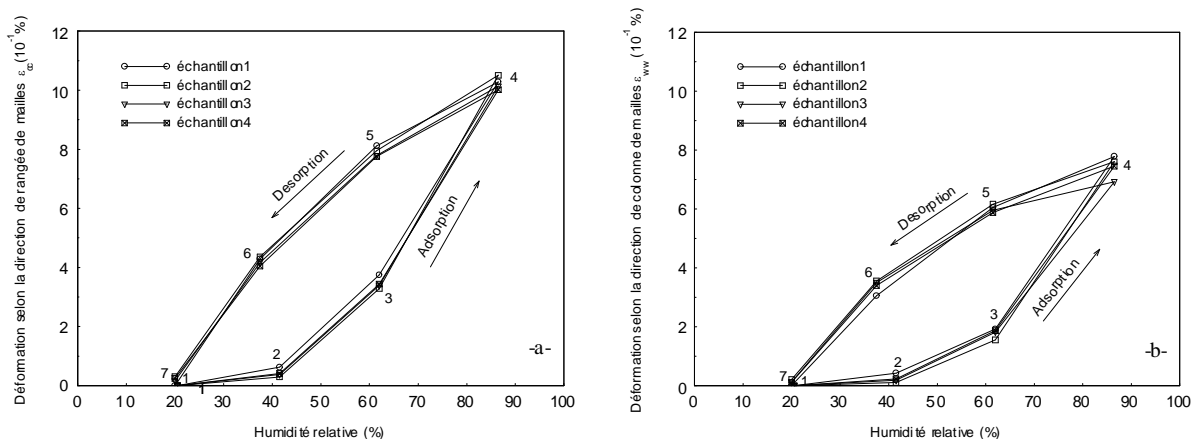
Nous avons préparé 4 échantillons identiques de Jersey en coton de dimension 30mm x 25mm et nous les avons conditionnés dans l'ambiance du laboratoire pendant 25 heures avant de les introduire dans le porte échantillon à l'intérieur de la boîte de mesure. Ensuite, nous avons stabilisé les conditions climatiques à 20% d'humidité relative et  $35^{\circ}\text{C}$  de température pendant 6 heures avant d'acquérir les images de référence. Les images déformées sont obtenues selon le processus de la figure IV.28 après un équilibre hydrique de 6 heures à chaque palier.



figureIV.28 : Protocole de mesure de la déformation des échantillons de Jersey en coton

## V-2. Résultats et interprétations

Les images obtenues pour les différentes humidités relatives étudiées ont été comparées à l'image de référence, pour déterminer les coefficients de déformation plane. La figureIV.29 représente la déformation enregistrée dans les directions principales des 4 échantillons pour les différents états étudiés en fonction de l'humidité relative à l'intérieur de la chambre de mesure. Nous notons que les directions principales dans le tricot sont la direction de rangée de mailles qui correspond à la largeur du Jersey (figureIV.29-a-) et la direction de colonne de mailles qui correspond à sa longueur (figureIV.29-b-).

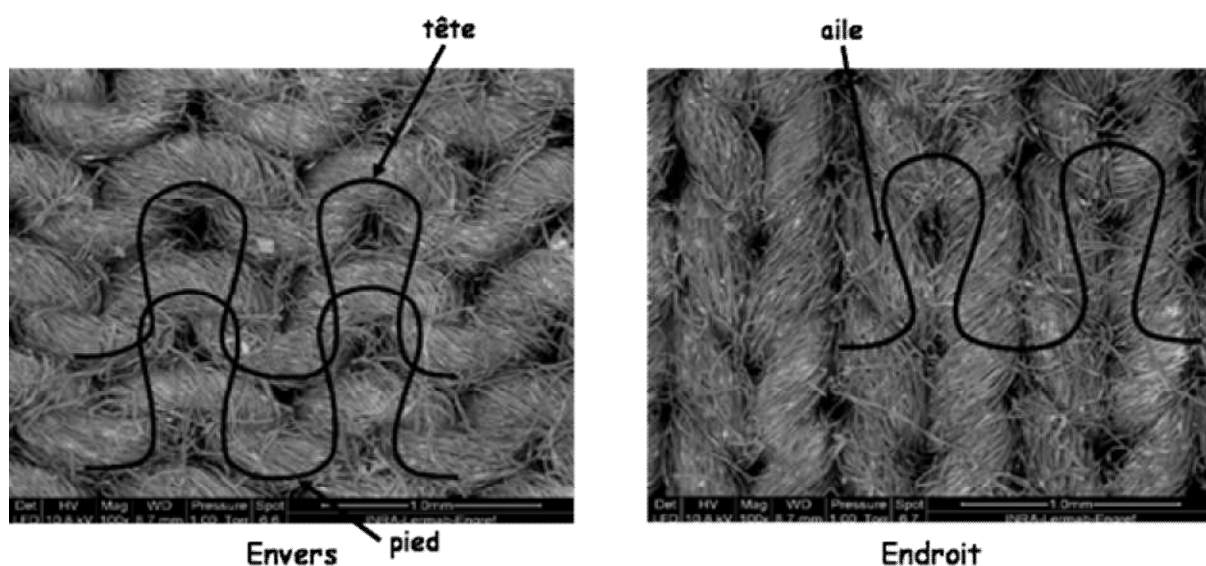


figureIV.29 : Evolution de la déformation dans la direction de rangée (-a-) et de colonne (-b-) de mailles en fonction de l'humidité relative

La figureIV.29 montre que les déformations déterminées pour les 4 échantillons étudiés sont reproductibles et que les allures des courbes obtenues dans la direction de rangée et de colonne de mailles sont similaires. En effet, les déformations sont croissantes pendant la phase d'adsorption avec une pente plus élevée pour les humidités élevées et décroissent pendant la désorption avec une allure presque linéaire pour tendre à sa valeur initiale aux conditions expérimentales similaires. Par ailleurs nous remarquons pour les deux directions l'existence d'un phénomène d'hystérésis.

Pour interpréter ces résultats, nous nous sommes référés au mode d'agencement des fils dans la structure du Jersey et l'adhérence entre les fibres qui les composent (*figureIV.30*). En effet, lorsque l'humidité relative augmente, les fibres gonflent en diamètre et en longueur pour causer une tension interne transmise par la cohésion assurée par la torsion du fil. Cette tension sert à gonfler le fil et rigidifier son allure, d'où la déformation initiale enregistrée au début de la phase d'adsorption par la faible pente (*figureIV.29*).

L'augmentation de l'humidité relative permet aux fils rigidifiés par gonflement de se déplacer, ce qui assure une augmentation brusque de la déformation globale de la structure illustrée par le changement de pente de la courbe (*figureIV.29*). La déformation aura alors une forme linéaire en fonction de l'humidité relative de l'air ambiant.

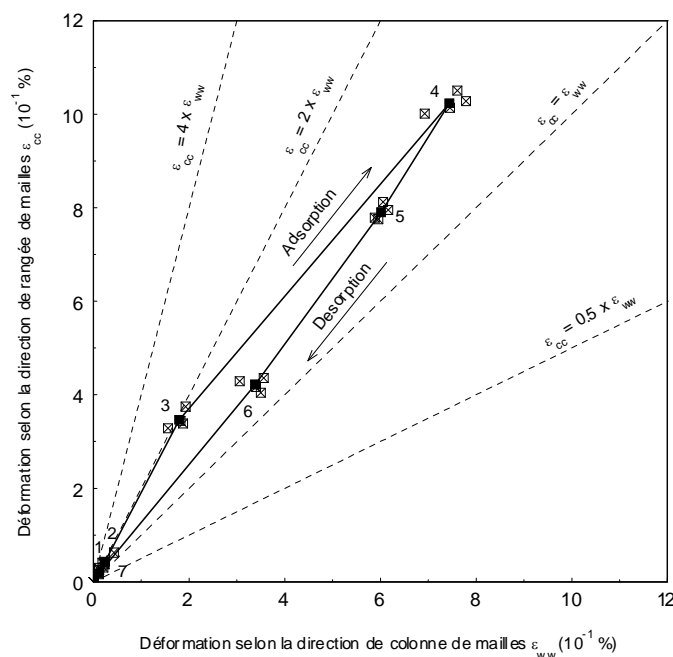


*figureIV.30 : Images prises à l'aide du microscope électronique environnemental de la face endroit et la face envers d'un échantillon Jersey en coton.*

Au moment de la désorption, les fibres se rétrécissent individuellement pour reprendre leur forme initiale, en libérant de l'espace à l'intérieur du fil. La structure tendue au départ par le serrage géométrique, se rétrécit linéairement par effet de relaxation pour occuper l'espace

libéré par les fibres en mettant en évidence une hystérésis de déformation expliquée par la différence de la vitesse de gonflement et de rétrécissement. Nous notons que la structure reprend vers la fin de la désorption sa forme initiale reconnue par l'état relaxé des mailles dans un tricot [14].

Nous avons représenté la déformation dans la direction de rangée de mailles en fonction de la déformation dans la direction de colonne de mailles (*figureIV.31*) pour comparer la déformation dans les deux directions principales du Jersey en fonction de la forme géométrique du liage.



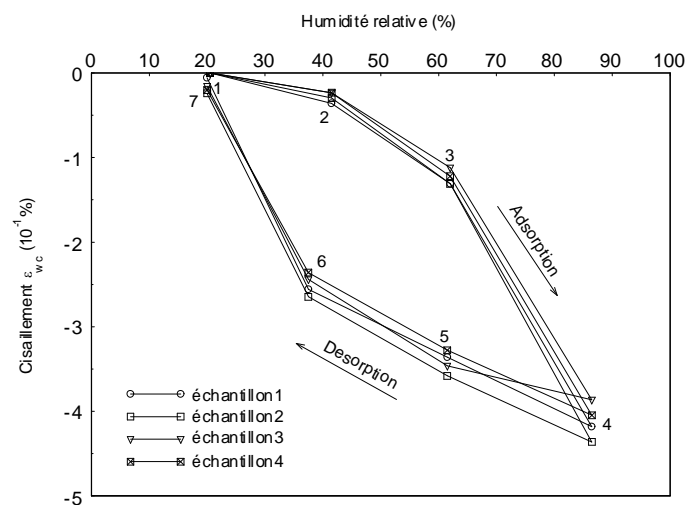
*figureIV.31 : Représentation schématique de l'anisotropie dans un tricot Jersey*

Une nette anisotropie de déformation entre les deux directions principales du Jersey a été enregistrée. La figureIV.31 montre que le gonflement et le rétrécissement dans la direction de rangée de mailles sont plus importants que ceux dans la direction de colonne de maille.

Pour expliquer ce comportement, nous avons considéré la forme géométrique du liage Jersey qui est composé par l'entre bouclage d'un même fil dans les mailles de la rangée précédente. Cette structure offre au tricot une forme montrant la juxtaposition des ailes de mailles dans la direction de la largeur et le nouage entre les têtes et les pieds de mailles dans la direction de la longueur (figureIV.30). En fait, le gonflement du fil poussera sur la structure dans les deux directions principales. Et, comme le fil se présente en forme sinueuse dans la direction de rangées, alors, il disposera d'une meilleure aisance à se gonfler dans cette direction que dans la direction de colonnes où les mailles sont nouées.

Cette anisotropie est bien reconnue dans l'étude des propriétés mécaniques (Rios et al [52] et Boisé et al [12]) où, il est constaté que la rigidité dans la direction de rangées de mailles est plus faible que celle dans la direction de colonnes de mailles. Plusieurs autres matériaux anisotropes hygroscopiques présentent un comportement mécanique plus rigide mais moins déformable en retrait/gonflement hydrique dans une direction que dans l'autre, tel que le matériau bois (Badel et al [3]).

Il est intéressant de constater que cette anisotropie évolue au cours du cycle d'adsorption/désorption et que l'hysteresis affecte aussi cette propriété (*figureIV.31*).

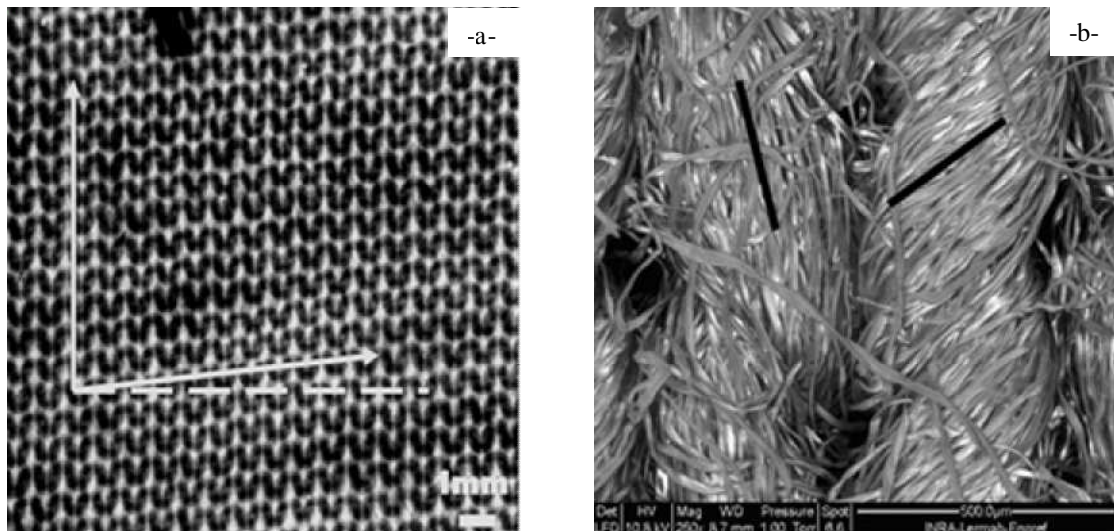


*figureIV.32 : Evolution du cisaillement en fonction de l'humidité relative*

La figureIV.32 montre l'évolution du coefficient de cisaillement en fonction de l'humidité relative. Elle présente une allure similaire au comportement dans les deux directions principales avec des valeurs négatives expliquant le sens du cisaillement du tricot. En fait, il s'agit d'une déformation croissante au moment de l'adsorption marquant l'effet du changement structurel et décroissant au moment de la désorption pour montrer l'effet de la relaxation en mettant naissance à une hystérésis de cisaillement.

Les considérations géométriques de la structure du Jersey sont à nouveau à la base des déformations obtenues. Il s'agit d'un tricot à mailles fines issu des métiers circulaires qui causent une dissymétrie résultante du processus de fabrication. La figureIV.33 présente une illustration à l'aide d'une image prise par atténuation des rayons X (*figureIV.33-a-*) et d'une image prise au microscope électronique environnemental (*figureIV.33-b-*) des deux types de dissymétrie.





figureIV.33 : Images représentatives de la dissymétrie résultante de la fabrication du Jersey :  
 (-a-) inclinaison de l'horizontale, (-b-) dissymétrie de la torsion

En fait, la figureIV.33-a- montre l'inclinaison résiduelle dans le tricot causée par la largeur de la bande de fabrication qui correspond au nombre de chutes à chaque tour du chariot de came. Cette inclinaison assure une dissymétrie par rapport aux directions principales et cause une source de cisaillement. La figureIV.33-b- montre la différence de la torsion assurant la cohésion entre les fibres dans les deux branches d'une même maille. Elle confirme bien les résultats trouvés par Bueno [14] qui explique que le bouclage d'un fil dans une maille permet d'augmenter la torsion dans une branche et de réduire sa valeur dans l'autre ce qui crée un moment résiduel de torsion générateur d'un cisaillement sous l'effet des contraintes hydriques et/ou mécaniques.

## VI. Conclusion

Nous avons présenté, dans ce chapitre, une technique de mesure sans contact de la déformation libre des matériaux textiles. Le principe de la méthode d'acquisition des images obtenues par atténuation des rayons X et ses principaux avantages ont été présentés. La procédure de calcul par la méthode d'analyse global des images couplée avec la méthode Simplexe pour optimiser les paramètres de la déformation plane est développée. La déformation résultante d'un cycle continu d'adsorption/désorption sur un tricot jersey est représentée. Un gonflement anisotrope de la structure au moment de l'adsorption a été observé. Ce gonflement s'annule au moment de la désorption pour mettre en évidence une hystérésis de déformation. Des images prises au microscope électronique environnemental sont utilisées pour justifier les interprétations requises.

## *Chapitre 5*

---

*Etude du comportement de la Toile :  
Mesure de l'effet de repassage.*

## Chapitre 5

### Etude du comportement de la Toile : Mesure de l'effet de repassage.

I.	Mesure de l'influence de repassage sur le processus de sorption .....	- 100 -
I-1.	Le processus de sorption de la Toile non repassée .....	- 100 -
I-2.	Etude de la précision de mesure des isothermes de sorption.....	- 102 -
I-3.	Etude de l'effet de repassage sur les isothermes de sorption.....	- 103 -
II.	Mesure de l'influence de repassage sur la déformation libre .....	- 107 -
II-1.	Mesure de la déformation de la Toile non repassée .....	- 107 -
II-2.	Effet de repassage .....	- 111 -
II-3.	Etude de l'isotropie de déformation .....	- 114 -
II-4.	Etude de la durabilité du traitement de repassage .....	- 115 -
III.	Conclusion .....	- 118 -

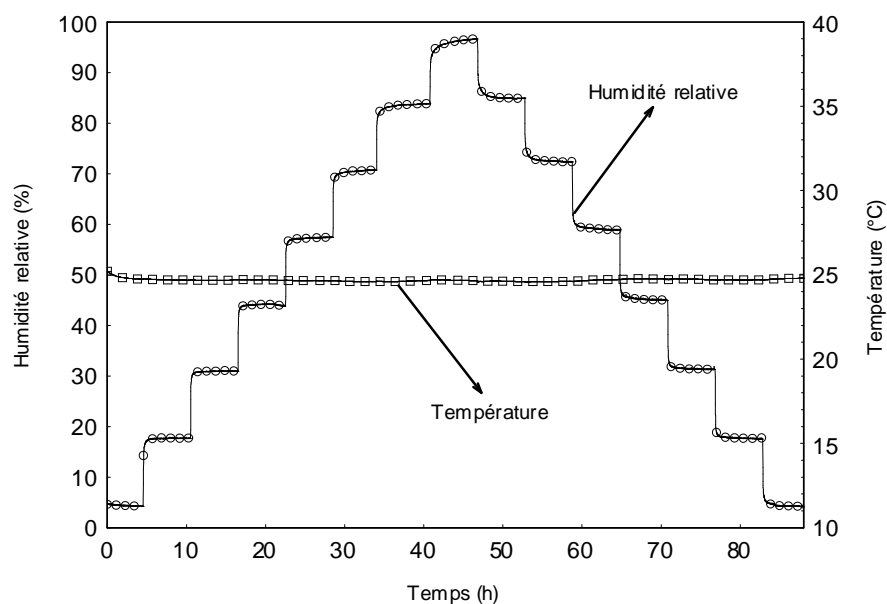
Nous présenterons, dans ce chapitre, le processus de sorption d'un tissu Toile en coton et la déformation plane engendrée vis à vis de la variation des conditions hydriques. L'effet de repassage sur les capacités de sorption et le retrait/gonflement occasionné pendant deux cycles successifs d'adsorption/désorption seront étudiés. Les mêmes dispositifs expérimentaux que ceux utilisés pour le Jersey seront considérés.

## I. Mesure de l'influence de repassage sur le processus de sorption

Nous nous proposons de comparer les capacités de sorption d'un échantillon repassé et d'un échantillon non repassé de tissu Toile en coton à la température de 25°C et de 35°C. Pour cela, nous avons utilisé le dispositif de la balance à suspension magnétique en suivant le même protocole de mesure que celui utilisé pour le Jersey.

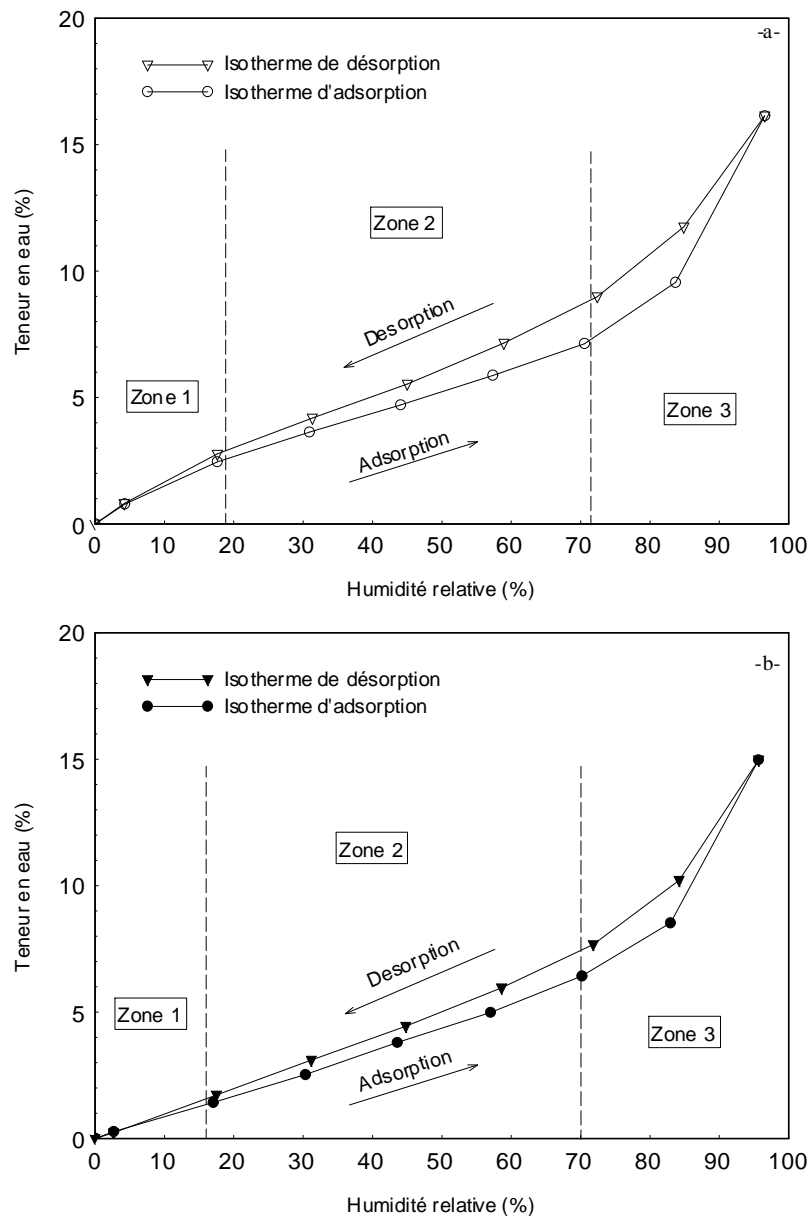
### I-1. Le processus de sorption de la Toile non repassée

Les cinétiques d'adsorption et de désorption de vapeur d'eau sont étudiées pendant des cycles continus d'humidités relatives s'échelonnant de 3% à 97%, à raison de 8 paliers, de durée minimale de 5 h, dans chaque phase (*figureV.1*).



*figureV.1 : Protocole de mesure des isothermes de sorptions du tissu Toile en coton à T=25°C*

Nous avons calculé la moyenne des teneurs en eau à l'équilibre pour chaque palier, et nous les avons représenté en fonction des humidités relatives correspondantes pour obtenir respectivement les isothermes d'adsorption et de désorption de la Toile à la température de 25°C (*figureV.2-a-*) et de 35°C (*figureV.2-b-*).



figureV.2 : Les isothermes d'adsorption et de désorption d'un tissu Toile en coton non repassé à la température  $T = 25^{\circ}\text{C}$  (-a-) et la température  $T = 35^{\circ}\text{C}$  (-b-)

Les résultats montrent une allure classique semblable à celle des isothermes obtenues pour le cas du tricot et/ou du fil de même matière (figureIII.15). Il s'agit d'un sigmoïde à deux points d'inflexion délimitant trois zones de sorption différentes. Chaque zone des isothermes correspond à un type de réaction entre les molécules d'eau et la matière. En fait, la première zone, caractérisée par une forte énergie de liaison, constitue le siège des premières réactions entre les molécules d'eau et les groupements hydroxyles de la cellulose à l'aide des liaisons hydrogène. Lorsque les sites réactifs de la cellulose sont saturés, les molécules d'eau se superposent par des simples interactions physiques pour former l'empilement de plusieurs

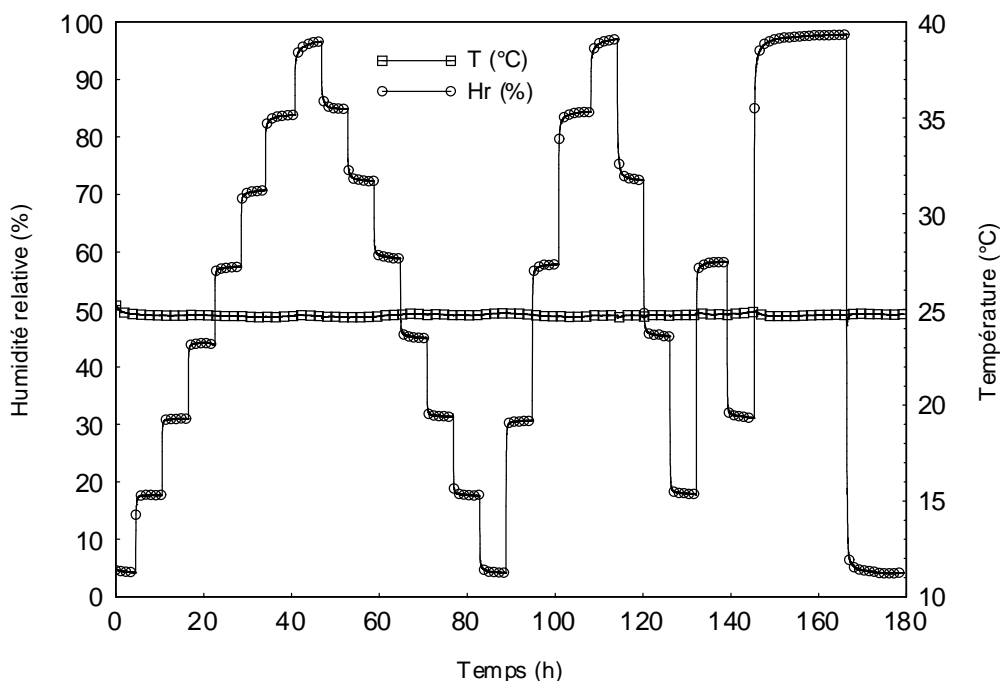
couches d'eau dans les interstices de la matière, et les liaisons de fixation diminuent d'une couche à une autre jusqu'à aboutir à une simple condensation capillaire.

La superposition des isothermes d'adsorption et de désorption sur la même figure (*figureV.2*) met en évidence une hystérésis qui apparaît plus importante pour les hautes humidités marquant l'existence d'une quantité d'eau retenue d'une façon irréversible dans la structure du matériau lors de l'encombrement stérique des molécules d'eau.

Conformément au cas du Jersey en coton, la température permet de réduire la boucle d'hystérèse de sorption de la Toile. Ceci a été justifié par l'effet de la température sur l'agitation moléculaire de vapeur d'eau qui permet de réduire la probabilité de réaliser des liaisons hydrogène avec le matériau. Et par la suite de réduire la déformation structurelle causée par l'encombrement stérique aux sites de sorption.

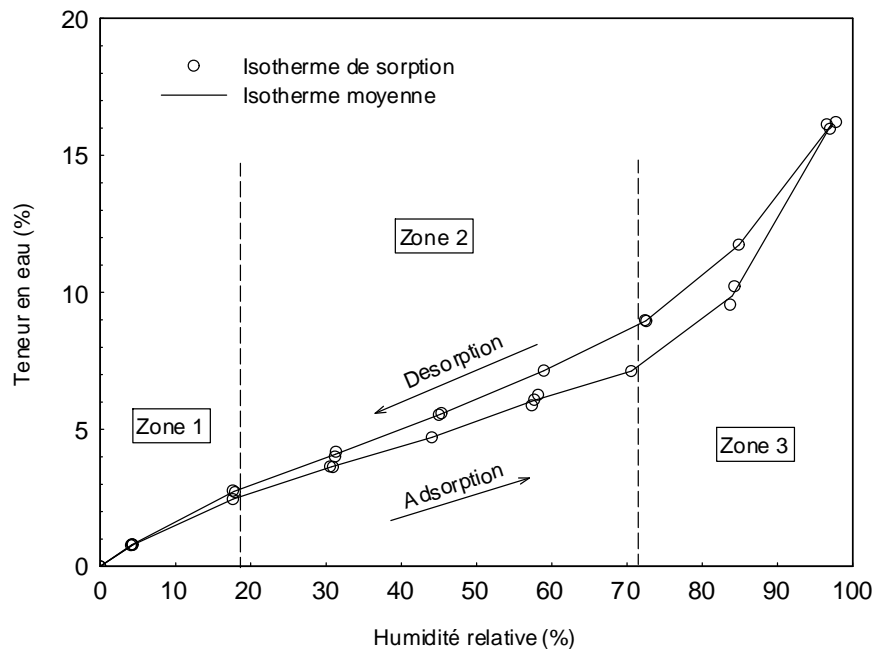
### ***I-2. Etude de la précision de mesure des isothermes de sorption***

Afin de vérifier la précision de nos isothermes de sorption et étudier l'influence de la répétition de plusieurs cycles successifs sur leurs formes, nous nous sommes proposés de mesurer les isothermes d'une Toile en coton brut à la température de 25°C (*figureV.3*) pendant plusieurs cycles successifs d'adsorption/désorption à pas irréguliers et à durée de stabilité variable.



*figureV.3 : Protocole de mesure de la précision des isothermes de sorption d'un tissu Toile*

Ensuite, nous avons déterminé les moyennes des teneurs en eau à l'équilibre obtenues pour chaque palier et nous les avons représentés (*figureV.4*) en fonction des humidités relatives adéquates.



*figureV.4 : Présentation de la précision des isothermes d'adsorption et de désorption de la Toile en coton*

La figureV.4 présente l'isotherme d'adsorption et de désorption de la Toile en coton à la température de 25°C selon le protocole de la figureV.3. Les teneurs en eau obtenues à l'équilibre de chaque palier sont représentées par des points et les isothermes moyennes à chaque humidité étudiée sont représentées à l'aide d'une droite lisse.

La figureV.4 montre que les valeurs de la teneur en eau obtenue aux humidités relatives étudiées sont très reproductibles, avec un écart type moyen très faibles ( $\approx 0,07$ ) ce qui explique que les isothermes d'adsorption et de désorption conservent leurs formes indépendamment du chemin suivi et que l'erreur relative moyen auquel ces isothermes sont identifiées est de 1,15% .

### ***I-3. Etude de l'effet de repassage sur les isothermes de sorption***

Un échantillon de tissu Toile repassé, selon le processus classique de repassage des textiles en coton, de dimensions 30 mm x 25 mm a été préparé pour étudier sa réaction avec les molécules d'eau. Nous avons procédé à un protocole constitué de deux cycles continus d'adsorption désorption successifs en conservant le même pas de variation de l'humidité

relative que celui choisi pour étudier le processus de sorption de la Toile non repassée. La figure V.5 représente la variation de la température, de l'humidité relative et de la teneur en eau durant tout le processus de mesure des cinétiques de sorption de la Toile repassée à  $T=25^{\circ}\text{C}$ .

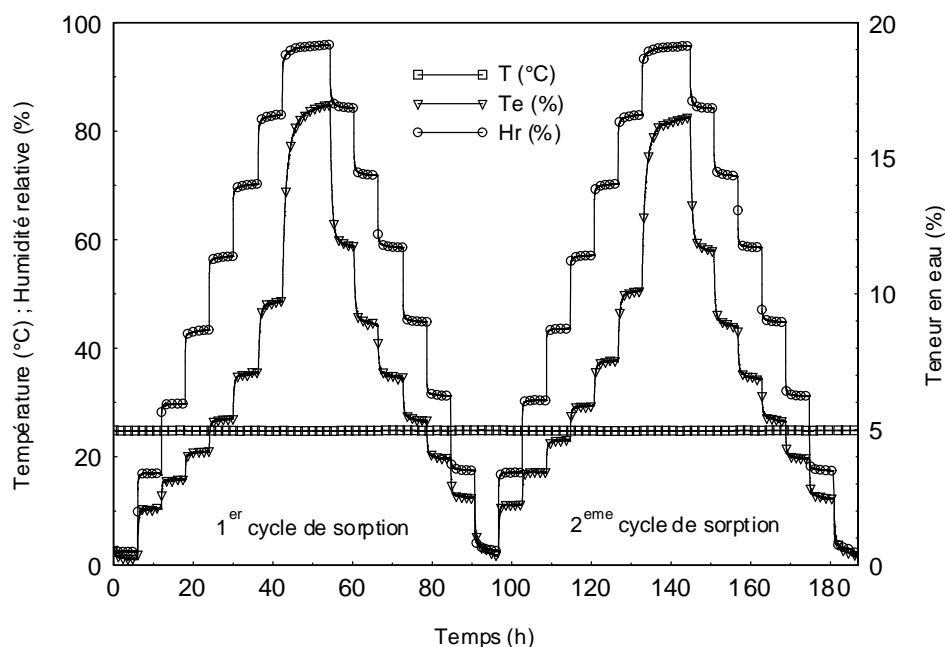


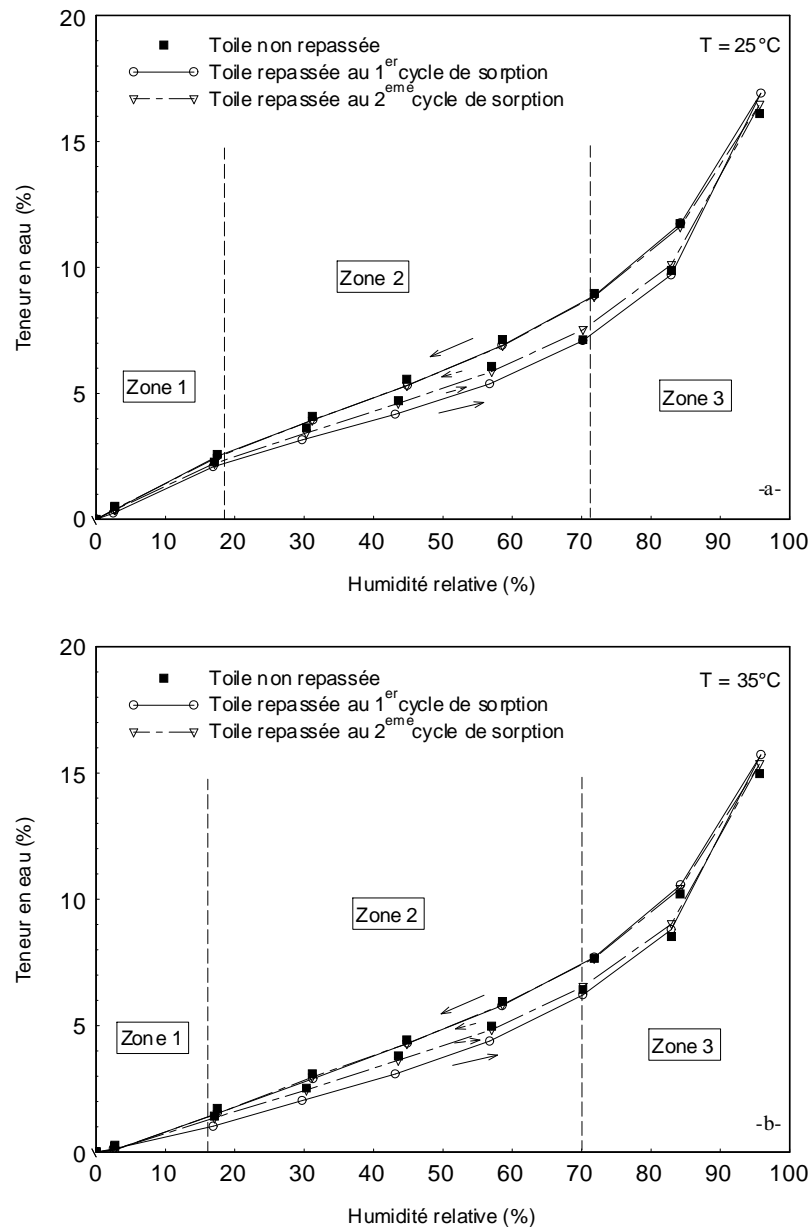
figure V.5 : Evolution de la température, de l'humidité relative et de la teneur en eau durant tout le processus d'étude de l'effet de repassage sur les capacités de sorption de la Toile en coton à  $T = 25^{\circ}\text{C}$

Les cinétiques de la Toile repassée sont plus rapides pour atteindre leurs états d'équilibre aux faibles humidités et plus lent pour atteindre cet équilibre aux humidités les plus élevées. En fait pour des humidités relatives de l'air inférieures à 75%, les échantillons atteignent leur équilibre après une heure de stabilité hydrique. Par contre, ils se stabilisent difficilement avec leurs milieux pour les  $HR > 90\%$  après 5 heures de mesure. Ceci s'explique par le fait qu'aux hautes humidités relatives, les molécules d'eau adsorbées causent un encombrement stérique au niveau de la surface du matériau, ce qui entraîne la mobilité des chaînes cellulosiques pour créer des nouveaux sites de sorption. Ce phénomène a été expliqué par Siau [55] lors de l'étude de la diffusion de la vapeur d'eau au sein du matériau bois en considérant l'existence d'un terme non-fickien persistant aux hautes humidités sous l'effet de l'agitation moléculaire des clusters d'eau formés et leurs effets sur la stabilité géométrique des chaînes macromoléculaires du matériau.

Nous avons calculé la moyenne des teneurs en eau à l'équilibre pour chaque palier et nous les avons représenté en fonction des humidités relatives correspondantes pour obtenir



respectivement les isothermes d'adsorption et de désorption (*figure V.6-a-*) de la Toile repassée pendant deux cycles successifs à la température de 25°C. Les mêmes mesures ont été effectuées également à la température de 35°C dans les mêmes conditions expérimentales (*figure V.6-b-*).



*figure V.6 : Les isothermes d'adsorption et de désorption d'un tissu Toile repassé pendant deux cycles successifs d'humidité relative comparées aux isothermes de sorption d'un tissu Toile non repassé à la température  $T = 25^{\circ}\text{C}$  (-a-) et la température  $T = 35^{\circ}\text{C}$  (-b-)*

La figure V.6 représente une comparaison entre les isothermes d'adsorption et de désorption d'un échantillon de tissu Toile repassé obtenues pour les deux cycles successifs de sorption et les isothermes d'adsorption et de désorption du tissu Toile non repassé obtenues à la

température de 25°C (*figureV.6-a-*) et la température de 35°C (*figureV.6-b-*). Les isothermes de la Toile repassée obtenues au premier cycle de sorption sont représentées en lignes continues, les isothermes obtenues pour le même échantillon au second cycle de sorption sont représentées en lignes interrompues et les isothermes de la Toile non repassée sont représentées en points non liés.

Les isothermes d'adsorption et de désorption de la Toile repassée au premier et au second cycle de sorption et les isothermes d'adsorption et de désorption de la Toile non repassée présentent une allure similaire reflétant l'existence de trois zones dépendantes de type de fixation des molécules d'eau avec la matière. Ces zones ont été définies d'une façon approximative expérimentale pour marquer successivement les limites de saturation de la monocouche de sorption et de formation de l'eau capillaire.

Une comparaison entre les isothermes d'adsorption du premier et du second cycle de sorption de vapeur d'eau par la Toile repassée montre une différence de sorption pendant les faibles humidités et une coïncidence pour les hautes humidités. En effet, les teneurs en eau du second cycle d'adsorption sont légèrement supérieures à celles de la première phase d'adsorption pendant la première et la seconde zone des isothermes tandis qu'elles se collent pendant la troisième zone d'adsorption et les deux phases de désorption successives. Un recours aux isothermes d'adsorption et de désorption de la Toile non repassée a montré que les isothermes de la Toile non repassée coïncident bien avec les isothermes du deuxième cycle de sorption de la Toile repassée, ce qui implique que le repassage influe sur les capacités de sorption de la Toile en coton pendant les deux premières zones de sorption. Puis, cet effet semble s'annuler pendant la troisième zone d'adsorption, la première phase de désorption et le second cycle de sorption.

En fait, le repassage à vapeur de la Toile en coton est une application d'une tension de compression à haute température sur l'épaisseur de l'étoffe après avoir appliquée une quantité de vapeur d'eau à la surface. La vapeur permet d'une part de gonfler la structure et de réagir avec la matière à l'aide des liaisons hydrogène ou des interactions de Van der Waals. L'application d'une compression à haute température dépassant la température de transition vitreuse du coton permet de sécher la matière et d'aplatir la structure. Les résultats ont montré, pendant la première phase d'adsorption, que la Toile sèche et conformée est moins hygroscopique, pour les faibles humidités, que la Toile non traitée. Ce qui implique que le séchage rapide par conduction permet de renforcer les liaisons entre les chaînes cellulosiques à l'aide des molécules d'eau figées dans la structure pour bloquer les sites actifs de sorption

par des liaisons hydrogène. Cet effet est appelé dans d'autres traitements d'enduction par effet plastifiant [57] qui réduit les capacités de sorption des matériaux. Il s'annule dès la saturation des micropores et la formation de l'eau capillaire à cause de la mobilité moléculaire des groupements hydroxyles entre les molécules d'eau adsorbées et celle des chaînes cellulosiques.

La boucle d'hystérèse de sorption de la Toile repassée est également dépendante de la température. Elle diminue sous l'effet de l'augmentation de la température du fait que l'agitation moléculaire diminue la capacité d'acquisition de la matière et par la suite, de réduire la déformation stéréochimique des sites de sorption.

## **II. Mesure de l'influence de repassage sur la déformation libre**

Le dispositif d'acquisition d'images par atténuation des rayons X est utilisé pour acquérir des images de la structure globale de la Toile repassée et la Toile non repassée en fonction des humidités relatives parcourues pendant un cycle continu d'adsorption / désorption. La méthode Simplexe est utilisée pour déterminer l'évolution des coefficients de déformation plane en fonction des humidités relatives. Les changements morphologiques et dimensionnels causés par le traitement de repassage seront justifié à l'aide des images électroniques. La durabilité de ce traitement sera ensuite étudiée par l'extension du cycle d'étude par un second cycle d'adsorption successif.

### ***II-1. Mesure de la déformation de la Toile non repassée***

Six échantillons identiques de dimensions de 30 mm x 25 mm en tissu Toile dont trois sont repassés à la température de 200°C avec éjection de vapeur (condition classique de repassage des étoffes en coton) et trois échantillons témoins de l'état brut ont été préparés et placés dans le porte échantillon à l'intérieur de la chambre de mesure. Les images initiales à la température ( $T=35^{\circ}\text{C}$ ) et l'humidité relative ( $Hr=21\%$ ) prises pour chaque échantillon après une stabilité hydrique de 25 h afin d'annuler les contraintes internes dues aux préparations ont été considérées comme images de références. Les images déformées sont obtenues par l'accumulation de 26 images à durée d'exposition de 90 secondes, après un équilibre hydrique de 6 heures.

Les images obtenues pour les différentes humidités relatives ont été comparées aux images de références, pour déterminer les coefficients de déformation plane. La figure V.7 présente la déformation enregistrée pendant un cycle d'adsorption désorption dans la direction chaîne

(figure V.7-a-) et la direction trame (figure V.7-b-) des trois échantillons de tissu Toile non repassé en fonction de l'humidité relative à l'intérieur de la chambre de mesure.

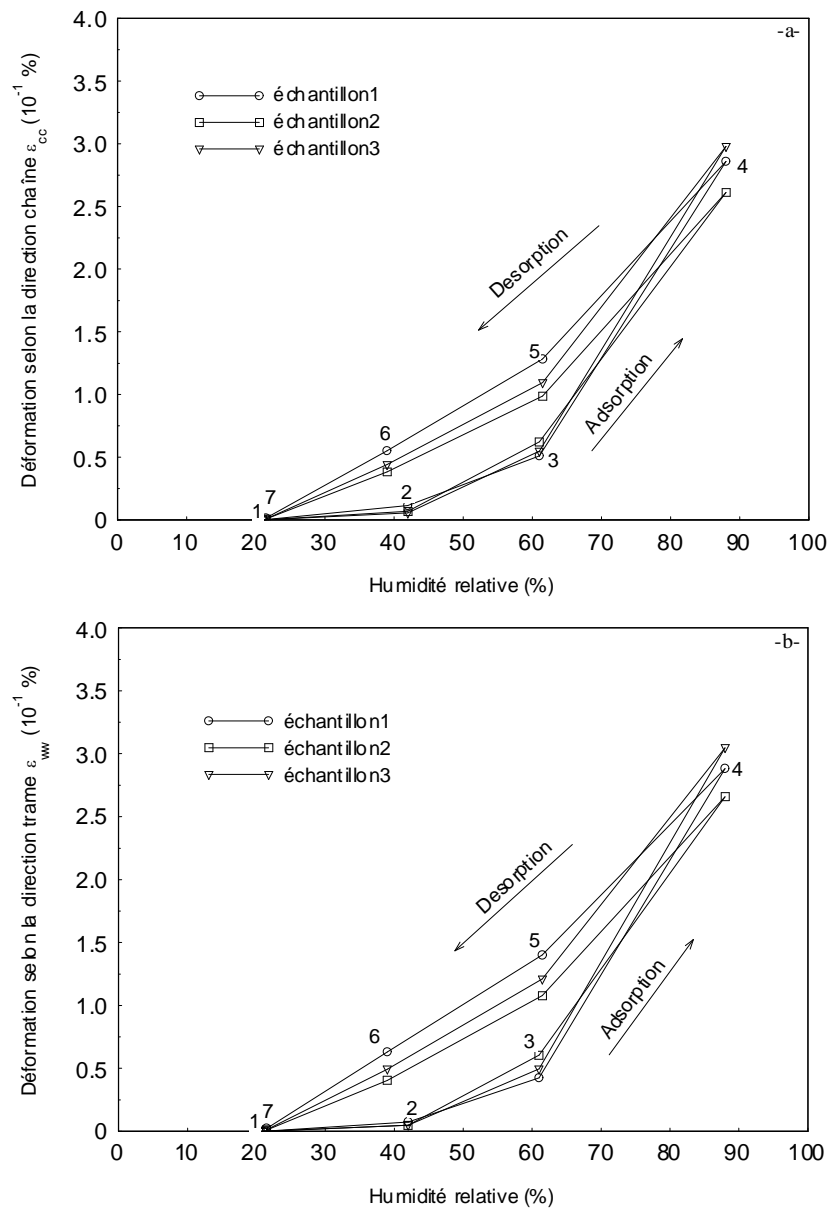


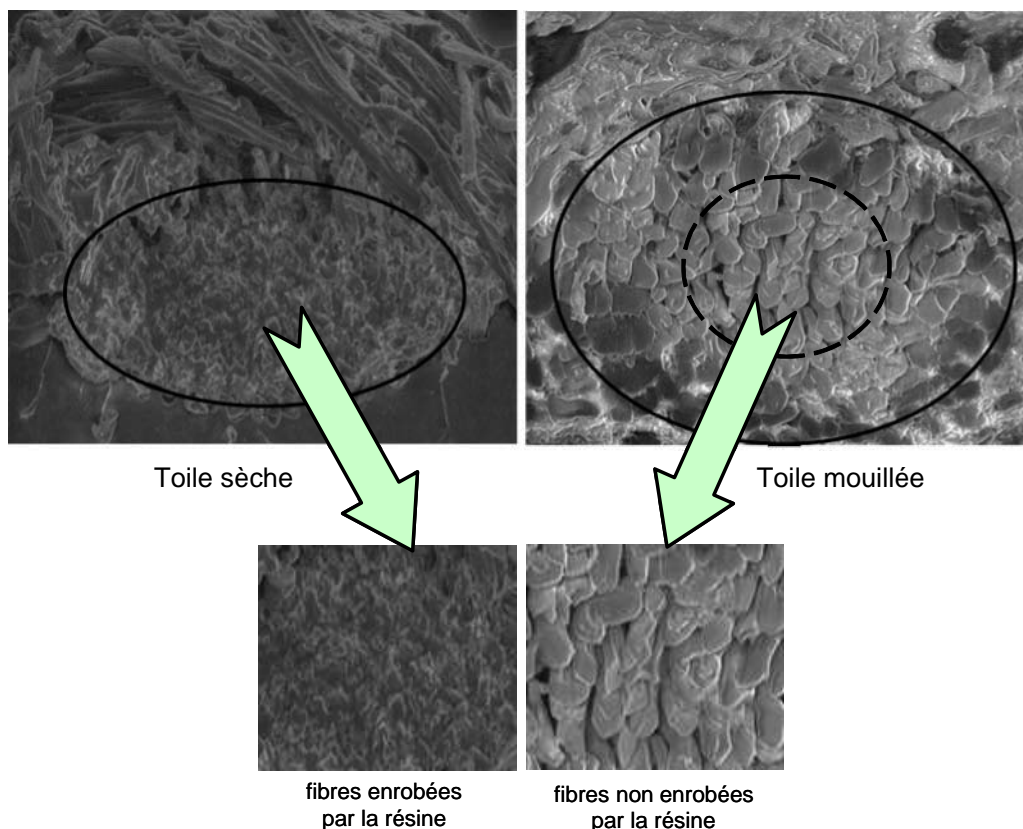
figure V.7 : Evolution de la déformation dans la direction chaîne (-a-)

et la direction trame (-b-) en fonction de l'humidité relative (échantillons non repassés)

Cette figure montre une allure similaire dans les deux directions principales de l'étoffe pour les trois échantillons étudiés. En effet, il s'agit d'une courbe croissante pendant la phase d'adsorption avec une pente plus élevée pour les humidités élevées. Cette courbe décroît pendant la phase de désorption sans passer par les mêmes états obtenus pendant la phase d'adsorption mettant naissance à un phénomène d'hystérésis de déformation.

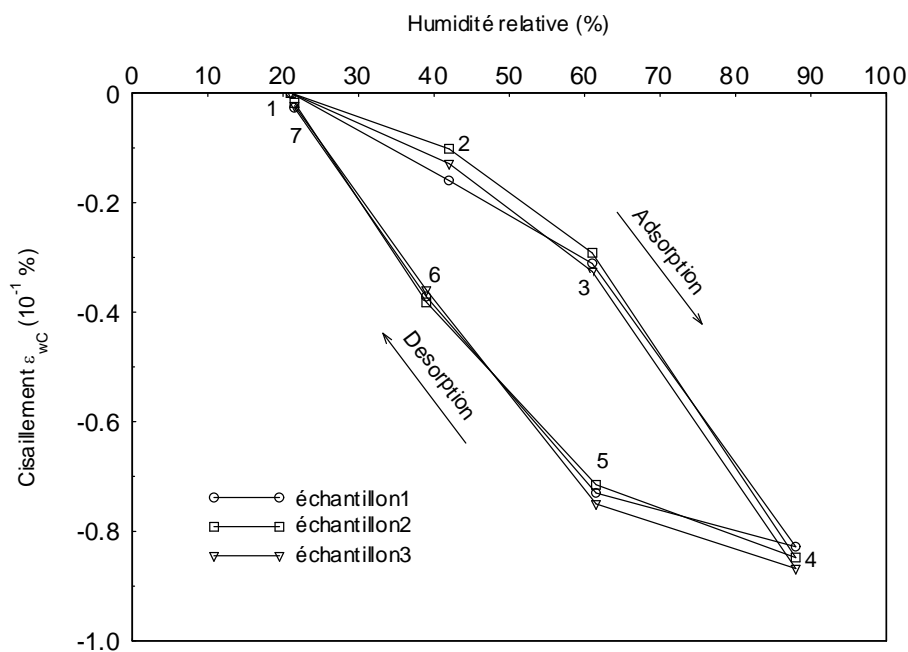
L'explication de ce comportement vient certainement des considérations géométriques liées à la structure de l'armure Toile et l'adhérence entre les fibres qui la compose. En effet, au début du cycle d'adsorption, les fibres gonflent individuellement en remplissant les pores, avec une très faible modification des dimensions globales de l'étoffe. Cette variation dimensionnelle va occuper au départ les espaces micro poreux à l'intérieur du fil. Ensuite, le gonflement croissant des fibres poussera sur les fils en contact pour avoir une plus importante influence sur la déformation du réseau géométrique pendant les hautes humidités.

Lorsque l'humidité relative commence à décroître, le réseau de fil est dans un état de serrage géométrique maximal. Ce qui implique que chaque changement dimensionnel va apparaître d'une façon plus nette sur le réseau, d'où la pente élevée du rétrécissement au début de la phase de désorption. A partir d'une certaine valeur d'humidité relative, les fibres ne sont plus collées et elles continuent leur rétrécissement individuel à l'intérieur du fil pour rejoindre leur forme de départ en libérant l'espace poreux dans la structure de l'étoffe. Celle ci reprend librement son état relaxé en mettant en évidence une hystérésis de déformation qui reflète l'effet mémoire de l'arrangement géométrique dans l'armure.



*figure V.8 : Images prises au microscope électronique environnemental d'une coupe transversale d'une Toile en coton enrobée par la résine époxyde pour comparer entre la forme mouillée et la forme initiale sèche*

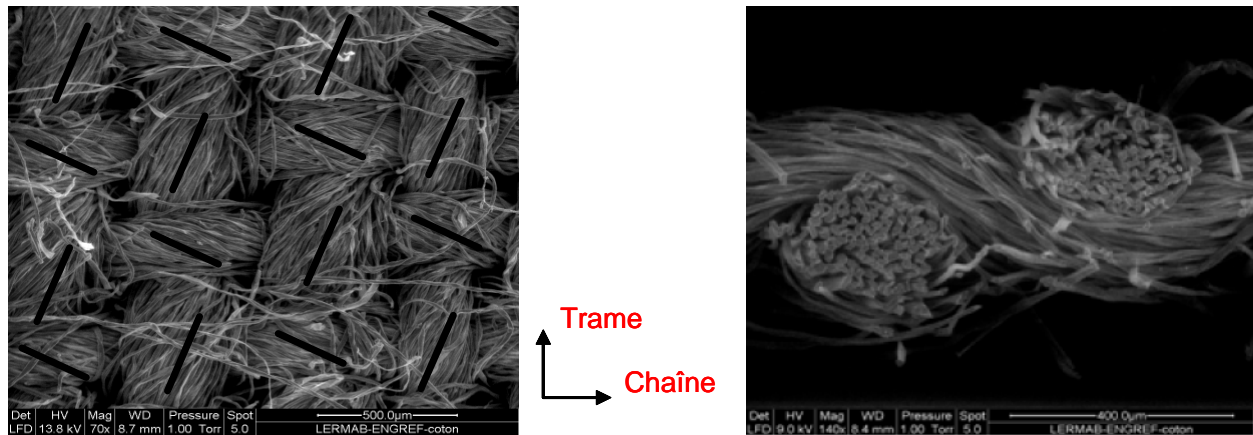
La figureV.8 présente des images prises au microscope électronique environnemental d'une coupe transversale d'un tissu Toile enrobé par la résine époxyde. Elle montre une comparaison entre les formes d'une section de fil saturé à l'eau et d'une section de fil sec figés, tous les deux, dans la résine. Malgré un grossissement dans les deux images non exactement identique, nous pouvons constater facilement que la résine a diffusé au sein du fil sec et aux bords du fil mouillé et la forme des fibres n'est plus identifiable, par contre, le centre du fil mouillé est resté intact en gardant un espace poreux libre entre les fibres. Ceci s'explique par l'effet de mouillage sur la variation dimensionnelle de la structure. En effet, la tension interne des fibres au sein du fil pendant le mouillage pousse sur la structure pour assurer un gonflement global de l'armure ce qui a bloqué la diffusion de la résine au sein du fil (*figureV.8*).



*figureV.9 : Evolution du cisaillement en fonction de l'humidité relative*

La figureV.9 montre l'évolution du coefficient de cisaillement en fonction de l'humidité relative. Elle présente une allure similaire au comportement dans les deux directions principales avec des valeurs négatives reflétant le sens de cisaillement de la Toile. Pour expliquer cet effet, nous nous sommes basés sur l'hypothèse montrée par l'étude qualitative du comportement d'un fil sous l'effet du mouillage en utilisant les images optiques (*figureIV.6*) où nous avons montré que le gonflement du fil lors de l'adsorption est associé par une détorsion des fibres qui le composent. Or, le tissu Toile est composé par l'entrecroisement perpendiculaire d'une nappe de fils de chaîne et d'une nappe de fils de trame dont la torsion de leurs fils est orientée dans le même sens (*figureV.10*), alors la détorsion causera un

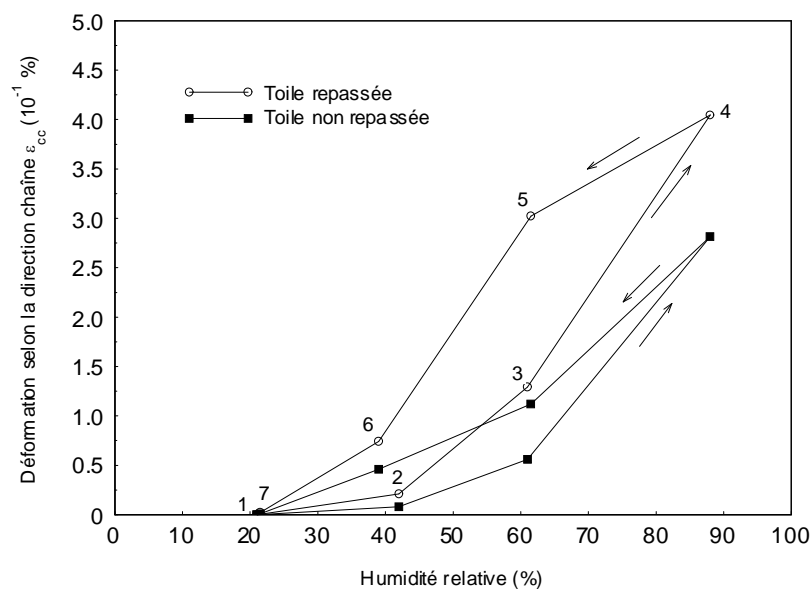
cisaillement de la structure en fonction de l'angle d'orientation des fibres dans les fils et le taux d'humidité relative associé, ce qui favorise l'augmentation du cisaillement lors de l'adsorption (*figureV.9*). Cette déformation décroît au moment de la désorption en fonction de l'humidité relative pour montrer que les fils reprennent leur forme initiale sous l'effet de la relaxation interne.

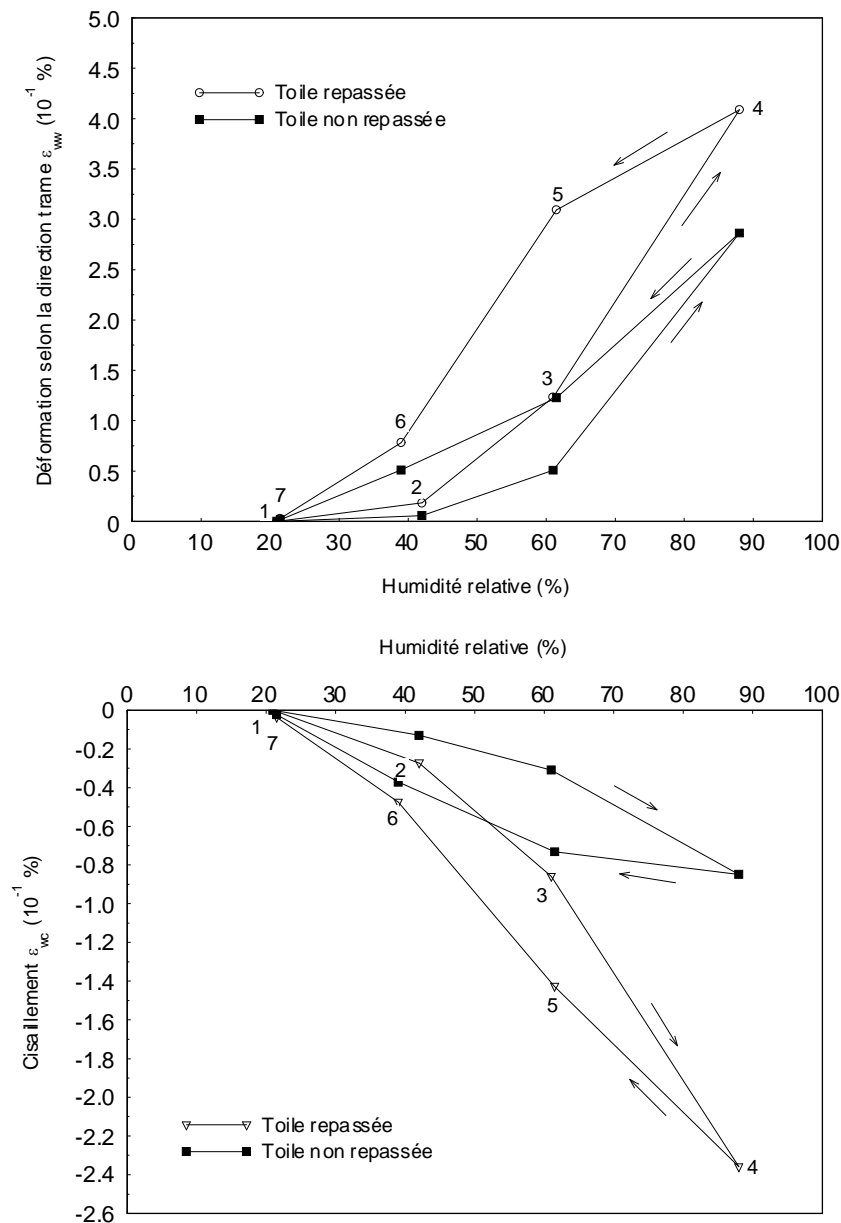


*figureV.10 : Images prises au microscope électronique environnemental d'une vue de face et d'une coupe transversale de la Toile : l'angle de torsion des fibres est orienté dans le même sens*

## II-2. Effet de repassage

La méthode d'analyse d'images a été utilisée pour calculer les coefficients de déformation plane des trois échantillons identiques en Toile repassée pour différentes valeurs d'humidité relative. Comme pour le cas de la Toile non repassée, les résultats trouvés ont montré une bonne reproductibilité avec un très faible écart type.





figureV.11: Evolution des coefficients du tenseur déformation plane, pendant un cycle d'adsorption/désorption, en fonction de l'humidité relative d'une Toile repassée comparée aux valeurs d'une Toile non repassée

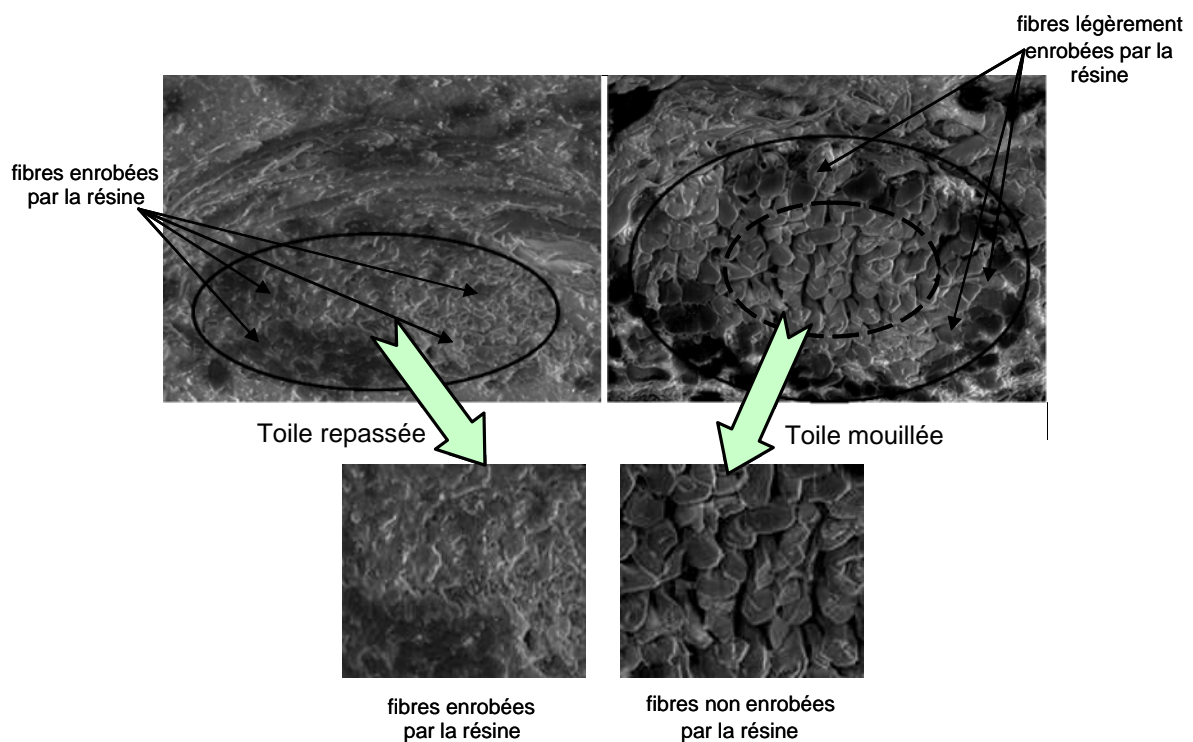
La figureV.11 montre l'allure des coefficients de déformation d'un tissu Toile repassé dans la direction chaîne et dans la direction trame et le coefficient de cisaillement comparé aux déformations trouvées pour la Toile non repassée en fonction de l'humidité relative ambiante pendant un cycle d'adsorption/désorption. Il ressort que la Toile repassée présente un comportement similaire à la Toile non repassée mais avec des déformations plus importantes.

Le repassage à vapeur peut être assimilé à un couplage entre la compression et le séchage par conduction d'une structure gonflée, ce qui offre au tissu un meilleur arrangement structurel et



une amélioration de son état de surface. Or, la compression engendre l'aplatissement de la Toile et l'augmentation de la surface de contact entre les fils ce qui assure l'accroissement de leurs coefficients de friction.

Pendant la phase d'adsorption, le gonflement des fibres permet d'augmenter au départ la densité des fils sans déformation importante. Ces derniers commencent à se pousser linéairement en fonction de l'humidité relative pour assurer un gonflement global croissant de la structure. Lors de la désorption, les fibres se rétrécissent en libérant la vapeur d'eau dans l'ambiance externe et la cohésion intra fils diminue pour mettre naissance à un espace poreux vide (*figureV.12*). Enfin, la structure a tendance à reprendre un état relaxé en donnant naissance à une hystérésis de déformation qui marque l'effet mémoire de l'étoffe.

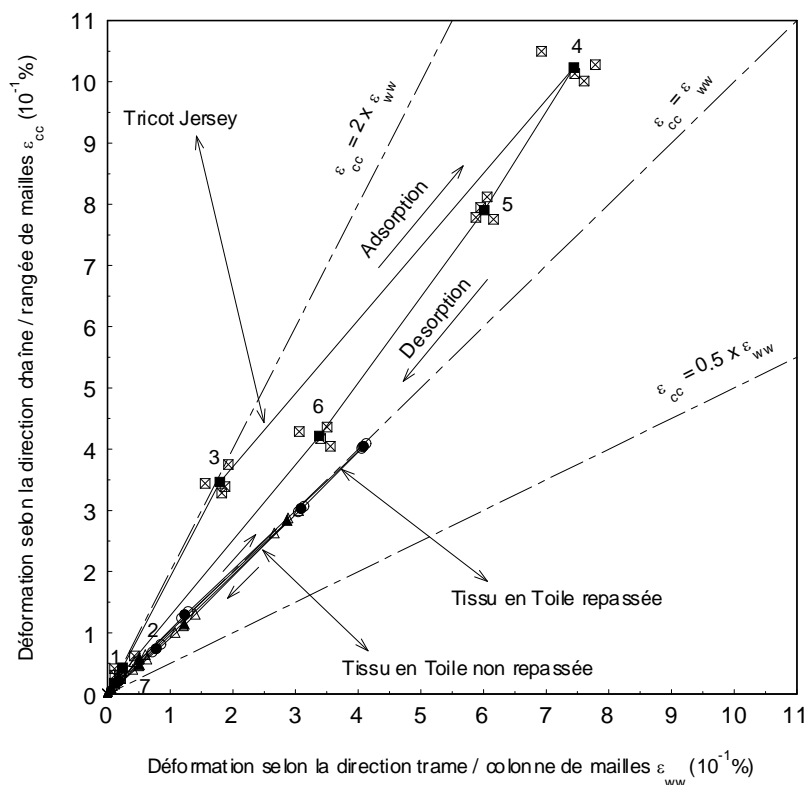


*figureV.12 : Images prises au microscope électronique environnemental d'une coupe transversale d'une Toile en coton enrobée par la résine époxyde pour comparer entre la forme mouillée et la forme repassée*

Une comparaison entre la déformation de la Toile repassée et non repassée dans les directions principales montre que la Toile repassée se déforme plus, ce qui implique que l'aplatissement du réseau de fil augmente les surfaces de contact qui assure la transmission des efforts gonflants, d'où l'amplification de la déformation résultante. Nous notons, également, que le tissu repassé subit un cisaillement de même allure que le tissu non repassé, mais plus important. Cet effet est expliqué par les formes géométriques complexes des fils aplatis.

### II-3. Etude de l'isotropie de déformation

Pour comparer la déformation dans les deux directions principales de la Toile repassée et la Toile non repassée, nous avons représenté, dans la figureV.13, la déformation dans la direction chaîne en fonction de la déformation dans la direction trame pour différentes valeurs d'humidité relative. Les points vides présentent les valeurs de la déformation à chaque palier du protocole de mesure. Tandis que les lignes et les points pleins indiquent l'évolution des valeurs moyennes durant le cycle d'adsorption/désorption.



figureV.13 : Etude de l'isotropie de déformation : Comparaison entre la déformation dans les deux directions principales du Jersey, de la Toile repassée et la Toile non repassée

La figureV.13 montre la variation des déformations dans la direction chaîne en fonction des déformations dans la direction trame du tissu repassé et du tissu non repassé pour comparer leurs effets à l'anisotropie de déformation entre les directions principales (rangée de mailles, colonne de mailles) dans le cas du tricot Jersey.

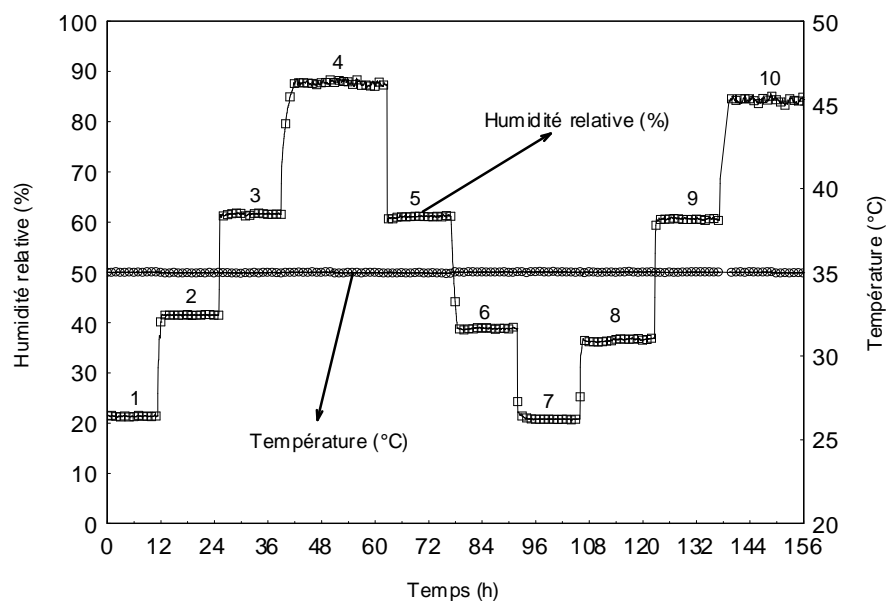
Les résultats montrent une isotropie de déformation dans le cas de la Toile aussi bien repassée que non repassée qui est liée à l'armure parfaitement symétrique. En effet le croisement perpendiculaire de deux nappes de fils de propriétés métrologiques similaires (TableauI.2) entraîne une déformation identique. Nous notons que même après repassage le tissu garde toujours cette isotropie de déformation, ce qui explique que l'aplatissement géométrique est

effectué dans les deux directions de la même façon. Ce qui n'est pas le cas du tricot Jersey qui présente un liage dissymétrique entre la direction rangée de mailles garnie par l'habilité des ailes de mailles et la direction colonne de mailles nouée par l'entrebouchage des têtes et des pieds de mailles.

Les valeurs de déformation dans le cas du tricot Jersey sont nettement plus importantes que celles données dans le cas du tissu Toile aussi bien repassée que non repassée. Pour expliquer cette différence, nous nous sommes référés encore à la forme géométrique des deux types d'étoffes et nous avons constaté que l'aisance donnée par la juxtaposition et l'entrebouchage de mailles et la rigidité donnée par l'entrecroisement perpendiculaire des fils expliquent bien que la tension interne donnée par le gonflement des fils se transmet plus facilement dans le cas du tricot que dans le cas du tissu.

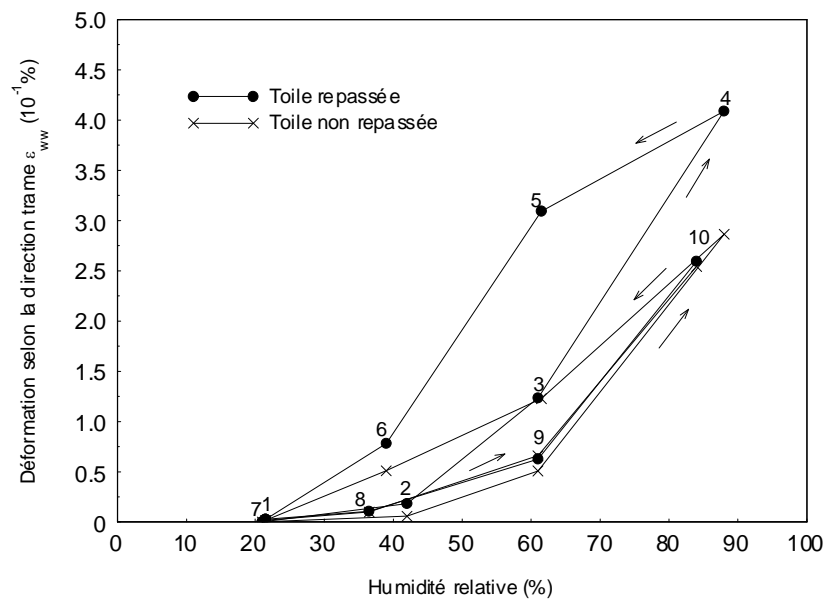
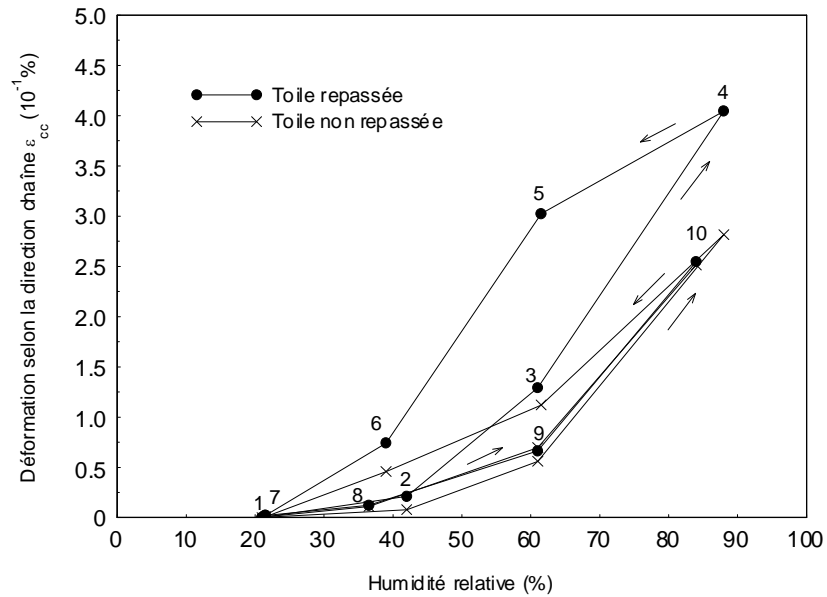
#### ***II-4. Etude de la durabilité du traitement de repassage***

Pour étudier la durabilité de l'effet de repassage, nous avons étendu le protocole de mesure par l'ajout d'un deuxième cycle d'adsorption successif en passant par les mêmes paliers d'humidité relative que celle de la première adsorption. Le cycle climatique complet est représenté dans la figureV.14. Nous notons que le calcul des coefficients de déformation est effectué par la méthode d'analyse globale d'images sur trois échantillons identiques en Toile repassée (condition classique de repassage des étoffes en coton) et trois échantillons similaires en Toile non repassée reflétant l'état brut de la matière.



*figureV.14 : Evolution de l'humidité relative et de la température dans la chambre de mesure durant tout le cycle d'étude de la durabilité de repassage*

La figureV.15 présente l'allure des coefficients de déformation moyenne dans la direction chaîne, la direction trame et le terme de cisaillement moyen en fonction de l'humidité relative ambiante du tissu Toile repassée et non repassée lors d'un cycle continu d'adsorption de désorption suivi d'un deuxième cycle d'adsorption successif.



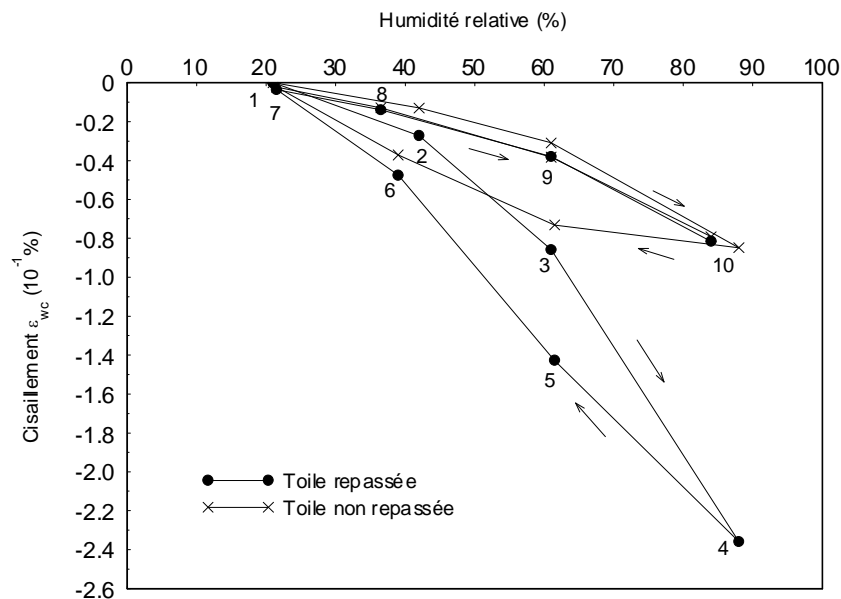
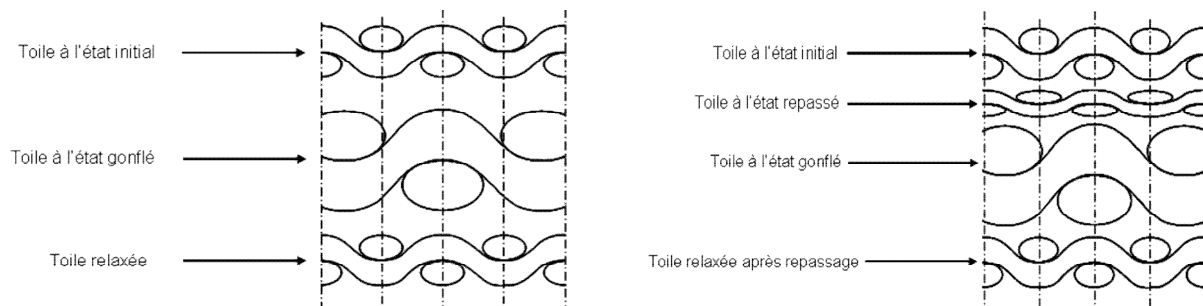


figure V.15 : Evolution des coefficients du tenseur déformation plane en fonction de l'humidité relative d'une Toile repassée, pendant un cycle d'adsorption/désorption suivi d'un cycle d'adsorption, comparée aux valeurs d'une Toile non repassée

Les résultats montrent que les coefficients de déformation dans la direction chaîne et dans la direction trame de la Toile repassée et la Toile non repassée présente une même allure. Il s'agit, lors de la première adsorption, d'une courbe croissante avec une pente plus élevée pour les humidités élevées reflétant l'influence du serrage géométrique lors du gonflement des fils sur la structure globale. Lors de la désorption, la déformation décroît en fonction de l'humidité relative montrant ainsi l'effet de la relaxation géométrique de la structure lors du rétrécissement des fils. La différence entre les coefficients de déformation de la Toile repassée et de la Toile non repassée expliquée dans le paragraphe précédent est confirmé lors du premier cycle de sorption (première adsorption et désorption). Cette différence sera complètement annulée, dès le deuxième cycle d'adsorption, pour présenter des coefficients de déformation presque égaux entre la Toile repassée et la Toile non repassée ce qui implique que le gonflement/rétrécissement sous l'effet de la variation des conditions hydriques est une déformation parfaitement élastique de la matière.

Nous avons observé que la boucle d'hystérèse de la déformation de la Toile repassée est fermée et que la déformation résultante du deuxième cycle successif de sorption de la Toile repassée coïncide avec la déformation résultante de la Toile non repassée. En plus, l'étude comparative des isothermes de sorption aux deux états du tissu a montré que l'effet de repassage est complètement annulé dès la troisième zone de l'isotherme de la première

adsorption, ensuite les courbes se superposent. Donc, une coïncidence géométrique globale entre l'état relaxé de la Toile non repassée et de l'état initial de la Toile repassée est confirmée. Et, par la suite, le repassage des étoffes n'entraîne pas de déformation globale de la structure, il cause un simple aplatissement des fils en augmentant leur surface de contact.



*figureV.16 : Schéma représentatif d'une coupe transversale de la Toile repassée (droite) et la Toile non repassée (gauche) illustrant l'évolution de la configuration géométrique de la structure en fonction de leur état de déformation*

La figureV.16 représente une schématisation, en coupe transversale, de la déformation des fils entrelacés au sein de la Toile en fonction de son état hydrique. La *figureV.16-gauche* montre la coïncidence entre l'état initial et l'état relaxé de la Toile non repassée pour expliquer l'effet de la fermeture de la boucle d'hystérèse de déformation de la Toile non repassée après un cycle d'adsorption / désorption et la *figureV.16-droite* montre la coïncidence entre l'état initiale de la Toile repassée et l'état relaxé de la Toile non repassée pour expliquer la superposition entre les allures des coefficients de déformation bidimensionnelle de la Toile repassée et la Toile non repassée pendant le deuxième cycle consécutif d'adsorption.

La figureV.16 montre, alors, que le repassage permet d'aplatir les fils en augmentant leurs surfaces de contact sans causer de déplacement de la configuration constitutionnelle de la Toile initiale. Après séchage l'effet de repassage sera annulé et la structure reprend sa forme initiale mémorisée.

### III. Conclusion

Nous avons présenté l'étude du comportement d'un tissu Toile en coton vis à vis de la variation des conditions hydriques et l'influence de repassage sur leurs capacités de sorption et le retrait/gonflement occasionné. Pour cela, nous avons présenté le processus de sorption de la Toile en coton à deux températures différentes et les changements microscopiques occasionnés par le repassage à vapeur de l'étoffe. Les déformations planes libres de la Toile repassée et la Toile non repassée pendant un cycle d'adsorption/désorption, ont été

comparées. Des considérations géométriques, prouvées par des images électroniques, ont été prises pour interpréter les résultats. L'étude de la durabilité de la déformation causée par le traitement de repassage a montré qu'un deuxième cycle consécutif d'adsorption est suffisant pour annuler les déformations résultantes de repassage à vapeur des étoffes en coton. Un modèle schématique représentant l'évolution du comportement dimensionnel de la Toile repassée et la Toile non repassée en fonction de leurs états hydriques a été proposé.

---

# *CONCLUSION*





## ***Conclusion Générale***

Les phénomènes d'adsorption et de désorption dans les milieux poreux sont connus de longue date. Ils concernent aussi bien l'industrie agroalimentaire, le bâtiment que les matériaux textiles. Le cas d'une étoffe se différencie du cas d'un volume (Balle) de matière textile par la souplesse et la finesse de l'épaisseur qui joue le rôle d'une "interface active" dans la réaction avec les molécules d'eau. Cette interface est composée par un assemblage de fibres de nature et de propriétés différentes selon un liage géométrique plus ou moins compliqué permettant de comprimer des fibres et de dilater d'autres afin de rechercher l'état énergétique le plus stable noté par état relaxé. La réaction des fibres avec les molécules d'eau engendre une déformation anisotrope liée au processus d'adsorption/désorption en fonction de leurs formules supramoléculaires. Afin d'étudier l'influence du gonflement/rétrécissement des fibres sur la structure globale des étoffes textiles en fonction de leurs liages géométriques, nous avons choisi deux classes d'étoffes ayant subies les mêmes traitements de finition, composées par des fibres hautement hygroscopiques et fortement anisotrope de composition chimique bien reconnues, ce sont les fibres de coton.

Le premier chapitre a été dédié à la présentation de la morphologie des matériaux textiles afin d'expliquer les différentes transformations que subies les fibres de coton pour passer de la plante à l'étoffe tout en provoquant les variabilités d'origine naturelle et industrielle selon le domaine d'usage et l'échelle d'étude. Les différentes caractéristiques géométriques et métrologiques des deux échantillons sélectionnés et les justificatifs du choix ont été expliquées.

Le deuxième chapitre est consacré à l'étude des interactions fibre - eau et l'influence de la teneur en eau sur les propriétés thermodynamiques et dimensionnelles à l'échelle microscopique. Cette étude bibliographique concerne l'explication des propriétés physicochimiques de l'eau dans tous ses états et les types de ses réactions avec la matière pendant le processus d'adsorption et de désorption.

Dans le troisième chapitre, le dispositif de mesure des cinétiques et des isothermes de sorption de la vapeur d'eau par la méthode gravimétrique a été présenté. La balance à suspension magnétique est couplée à un système de réglage externe de la température et de l'humidité relative afin d'accéder à des cycles successifs d'adsorption et de désorption. Les

caractéristiques des éléments du dispositif expérimental, leurs performances et leurs degrés de précisions ont été déterminés à partir des expériences préliminaires effectuées. L'influence de l'adsorption/désorption sur la variation de la température interne dans la chambre de mesure et l'intérêt de l'isolation sur la stabilité thermique du dispositif ont été également étudiés. Le processus de sorption d'un échantillon de tricot Jersey en coton pendant un cycle continu d'adsorption/désorption à la température de 25°C et de 35°C a été, ensuite, étudié afin d'interpréter les types de réaction entre les molécules d'eau et la matière. L'effet de l'hystérésis de sorption et de la température a été interprété. Les isothermes d'adsorption et de désorption du Jersey et des fils défilés de sa structure ont été comparées pour vérifier l'influence de la contexture sur les capacités de sorption du matériau. Les résultats ont montré que le liage Jersey limite les capacités de sorption des fils défilés de la structure pendant les humidités relatives élevées (> 70%).

Trois techniques de mesure sans contact de la déformation libre sous contraintes hydriques ont été présentées, dans le quatrième chapitre, afin de sélectionner la méthode la plus adaptée pour les étoffes textiles. La méthode de mesure par réflexion des rayons laser et la méthode d'analyse d'images obtenues par microscope optique et leurs causes de défaillance ont été expliquées ; avant de présenter les différents éléments du dispositif expérimental de mesure par analyse globale d'images obtenues par atténuation des rayons X et leurs performances techniques. Les avantages de cette méthode, les différentes corrections et réglages adoptés et la procédure de calcul de la déformation par la méthode de Simplexe ont été développés. La déformation libre sous contrainte hydrique du Jersey a été, ensuite, déterminée et interprétée par des considérations géométriques de la structure, pour savoir l'influence de l'adsorption/désorption des fibres en coton sur la structure globale du liage. Des images prises au microscope électronique environnemental ont été utilisées pour justifier le gonflement/rétrécissement dans les deux directions principales et le cisaillement résultant du processus d'adsorption/désorption.

Dans le cinquième chapitre, nous avons présenté la variation des coefficients de tenseur plan de déformation d'un tissu Toile en coton soumis à un cycle continu d'adsorption/désorption. Les résultats ont montré un gonflement croissant de la structure en fonction de l'humidité relative et un rétrécissement presque linéaire au moment de la desorption pour reprendre sa valeur initiale reconnue par l'état relaxé de la matière. Le traitement de repassage à vapeur a été étudié dans les mêmes conditions du tissu initial pour vérifier son influence sur les capacités de sorption et le comportement au retrait/gonflement occasionné. Les considérations

géométriques de la structure, prouvées par des images prises au microscope électronique environnemental, ont été utilisées pour expliquer que la compression et l'aplatissement des fils dans l'armure causent une augmentation du frottement inter fils et par la suite une amplification des coefficients du tenseur plan de déformation. Un deuxième cycle consécutif d'adsorption montre l'annulation de toutes les contraintes résultantes du traitement de repassage, ce qui confirme que la Toile repassée reprend sa forme initiale relaxée connue avant traitement dès la fin du premier cycle d'adsorption. Une comparaison entre les isothermes d'adsorption et de désorption d'un tissu Toile repassé et non repassé pendant deux cycles continus successifs d'adsorption/désorption à deux températures différentes a montré que les isothermes de sorption de la Toile repassée et non repassée se collent dès la troisième zone (aux humidités relatives élevées) de l'isotherme du premier cycle d'adsorption, ce qui explique que l'encombrement stérique des molécules d'eau dans la structure de la Toile repassée génère un réarrangement stéréochimique de la structure supramoléculaire pour reprendre une forme similaire à la Toile non repassée.

La bonne reproductibilité des essais, et la précision des résultats montrent que la méthode de mesure de la déformation plane par analyse globale d'images obtenues par atténuation des rayons X est bien adaptée pour quantifier la déformation globale bidimensionnelle des étoffes textiles. Mais, selon les expériences préliminaires, une grande déformation dans la direction perpendiculaire au plan de mesure a été négligée, ce qui explique les faibles valeurs trouvées de la déformation résultante sous l'effet des contraintes hydriques.



# *Références*

---

*Bibliographiques*



## Références Bibliographiques

- [1] **Agoua E.**, "Diffusivité et perméabilité du bois : validation des méthodes expérimentales et prises en compte de paramètres morphologiques simples pour la modélisation physique", Thèse de Doctorat de l'ENGREF, Nancy, 2001.
- [2] **Almeida G.**, "Influence de la structure du bois sur ses propriétés Physico-Mécaniques à des teneurs en humidité élevées", Thèse de Doctorat de l'Université Laval, Faculté de Foresterie et de Géomatique, Université de Laval, Québec, 2006.
- [3] **Badel E.**, "Détermination des propriétés élastiques et du retrait d'un cerne annuel de chêne dans le plan transverse : Description de la morphologie, Mesures des propriétés microscopiques et Calculs d'homogénéisation", Thèse de Doctorat de l'ENGREF de Nancy, 1999.
- [4] **Badel E., Perré P.**, "Using a X-ray imaging device to measure the swelling coefficients of a group of wood cells", *NDT& E. International* 34, 2001, pp345-353.
- [5] **Baucour P.** "Mesure des isothermes de sorption dans les hautes humidités : modélisation du couplage transfert d'eau et croissance bactérienne en surface des viandes", Thèse de Doctorat de l'INRA de Clément Ferrand, Equipe du Génie des Procédés de la station de recherche sur la viande, 2000.
- [6] **Bassal A., Vasseur J., et Lebert A.**, "Measurement of Water Activity Above 100°C", *Journal of Food Science*, Volume58 N°2, 1993, pp 449-452.
- [7] **Benamar S.**, "Etude expérimentale et modélisation des transferts de masse et de chaleur à travers un tissu vestimentaire en régime dynamique : phénomène de sorption, de mouillage et de capillarité", Thèse de Doctorat de l'Université de Nice-Sophia Antipolis, Nice, 1998.
- [8] **Bertheux B.**, "Etude mécanique de la compression de flocons de fibres application à la mesure du degré d'ouverture", Thèse de Doctorat, Université de Haute Alsace, 1989.
- [9] **Bhourri N., Houngan A., et Perré P.**, "Etude de l'influence du liage Jersey sur les capacités de sorption des fils en Coton pour deux Températures différentes", Congrès de la Société Française de Thermique, Marseille – France, SFT\_2007, 29/05-01/06/2007.
- [10] **Bhourri N., Houngan A., et Perré P.**, "Détermination des isothermes d'adsorption et de désorption d'un tissu à l'aide d'une balance à suspension magnétique", 1<sup>er</sup> Séminaire



---

Maghrébin sur les Sciences et les Technologies de Séchage, Tozeur–Tunisie, SMSTS'2006, 17-18-19 Décembre 2006.

- [11] **Blackwell J., Kolpak F. J. et Gardner K. H.**, "Structures of native and regenerated cellulose. in Cellulose Chemistry and Technology", J.C. Arthur, ed., ACS Symposium Series 48, 1977, Washington., pp42-55.
- [12] **Boisse P., Zouari B., et Daniel J.-L.**, "Importance of in-plane shear rigidity in finite element analyses of woven fabric composite performing", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 37, Issue 12, December 2006, pp 2201-2212.
- [13] **Botosso P. C.**, "Une méthode de mesure de retrait microscopique du bois : Application à la prédiction du retrait tangentiel d'éprouvettes de bois massif de Sapin Pectiné (Abies Alba Mill)", Thèse de Doctorat de l'Université Henry Point Carré, Faculté des Sciences Université de Nancy I, 1997.
- [14] **Bueno M.-A.**, "Caractérisation de l'état de surface des textiles en vue d'une meilleure compréhension de leur toucher" Rapport d'Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Mulhouse, LPMT, 2002.
- [15] **Chang C. F., Bishop G., Lastra A.**, "LDI tree: a hierarchical representation for image-based rendering", Proceedings of the 26th Annual Conference on Computer Graphics and Interactive Techniques SIGGRAPH '99, July 1999.
- [16] **Chao Y. J., Sutton M. A.**, "Measurement of strains in paper tensile specimen using computer vision and digital image correlation - Part1: Data acquisition and image analysis system", Tappi 71 (3), 1988, pp173–175.
- [17] **Chao Y. J., Sutton M. A.**, "Measurement of strains in paper tensile specimen using computer vision and digital image correlation –Part 2 : Tensil specimen". Tappi 71 (4), 1988, pp153–156.
- [18] **Dakak J. E.**, "La qualité du bois de Thuya de Maghreb (Tetraclinis articulata) et ses conditions de développement sur ses principaux sites phytoécologiques de son bloc méridional au Maroc", Thèse de Doctorat de l'ENGREF de Nancy, Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, 2002.
- [19] **Djolani B.**, "Hystérèse et effets de second ordre de la sorption d'humidité dans le bois aux températures de 5°, 21°, 35° et 50°C", Note de recherches N°8, Département d'exploitation et utilisation des bois, Université de Laval, Québec, 1970, 58pages.
- [20] **Doyle P. J.**, "Fundamental aspects of the design of knitted fabrics", Journal of the Textile Institute, vol.44, 1953, ppP561-P578.

- [21] **Dreisbach F., Lösch H.**, "Magnetic suspension balance for simultaneous measurement of a sample and the density of the measuring fluid", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Volume 62, Number 2 (7), 2000, pp515-521.
- [22] **Dwiargo B.**, "Détermination expérimentale de l'influence de l'hystérésis sur les propriétés hydriques de matériaux poreux du génie civil", Thèse de Doctorat de l'INSA de Toulouse, Toulouse, 1994.
- [23] **Engelhardt E.**, "Untersuchungen über die wasserdampfsorption durch buchenholz im temperaturbereich von 110° bis 170°C", *Holz als Roh-und Werkstoff*, 37, 1979, pp99-112.
- [24] **Fan L., Zhang M., Tao Q. et Xiao G.**, "Sorption Isotherms of Vacuum fried Carrot Chips", *Drying Technology*, Volume 23, Number 7, 2005, pp1569-1579.
- [25] **Hermans P. H.**, "Contribution à l'étude physique des fibres cellulosiques", *Bibliothèques des Industries Papetières*, Edité par DUNOD, Paris, 1952.
- [26] **Hess K.**, "Nouveaux résultats de recherche dans le domaine de la chimie des matières fibreuses.", *Industries Textile*, Paris N°688, Mars 1944.
- [27] **Jannot Y.**, "l'air humide", *Laboratoire Energétique et Phénomène de Transfert (LEPT)*, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers ENSAM de Bordeaux –Talence, Université de Bordeaux, Bordeaux, Septembre 2005.
- [28] **Jannot Y.**, "Isothermes de sorption : modèles et détermination", *Laboratoire Energétique et Phénomène de Transfert (LEPT)*, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers ENSAM de Bordeaux –Talence, Université de Bordeaux, Bordeaux, 2003.
- [29] **Kaftandjian V., Zhu Y. M., Peix G., Babot D.**, "Contrast transfer function measurement of X-ray solid state linear detector using bar/space pattern methods", *NDT& E International*. Vol. 29(1), 1996, pp3-11.
- [30] **Knapton J. J. F., Ahrens F. J., Ingenthron W. W. et Fong W.**, "The dimensional properties of knitted wool fabrics. Part 1: The plain-knitted structure", *Textile Research Journal*, vol.38, 1968, pp999-1012.
- [31] **Kouchade A. C.**, "Détermination en routine de la diffusivité massique dans le bois par méthode inverse à partir de la mesure électrique en régime transitoire", Thèse de Doctorat de l'ENGREF de Nancy, 2004.
- [32] **Lahbabi R.**, "Mesure par analyse d'image de paramètres microscopiques requis pour une prédiction déterministe des propriétés du bois", Thèse de Doctorat de L'ENGREF de Nancy, 1995.

- [33] **Le Calvé O.**, "Propriétés physique du milieu marin : Introduction à l'océanographie physique", Institut des Sciences de l'Ingénieur de Toulon et de Var, Var, Mai 2002.
- [34] **Mangenot G. et Raison M.**, "Recherches microscopiques sur le gonflement des poils des fibres natifs blanchis ou nitrés.", Revue de Cytologie et de Cytophysiologie Végétales, Paris VI, 1, 1942.
- [35] **May B. K., Perré P.**, "The importance of considering exchange surface area reduction to exhibit a constant drying flux period in foodstuffs", Journal of Food Engineering, 54, 2002, pp271-282.
- [36] **Mc Millan L.**, "An image-based approach to three-dimensional computer graphics", University of North Carolina at Chapel Hill, Chapel Hill, NC, 1997.
- [37] **Merrill G.-R., Macormac A.-R. et Mauersberger H.-R.**, "American Cotton Handbook", A Practical Text and Reference Book for the Entire Cotton Industry., Deuxième Edition Révisée, Textile Book Publishers, New York 16. NY.
- [38] **Munden D.-L.**, "The geometry and dimensional properties of plain-knit fabrics", Journal of the Textile Institute, vol.50, n°7, 1959, ppT448-T471.
- [39] **Nelder J. A., Mead R.**, "A simplex Method for function minimization", Computer Journal 7, 1965, pp308-313.
- [40] **Nishimura H., Okano T. et Asano I.**, "Fine structure of wood cell walls II. Crystallite size and several peak positions of X ray diagram of cellulose I", Mokuzai Gakkaishi, Vol. 27, No.10, 1981, pp709-715.
- [41] **Nordon P.**, "A model for mass transfer in bed of wool fibers", Int. journal Heat and Mass transfer, Juillet 1964, pp639-651.
- [42] **Pac M.-J.**, "Les surfaces textiles aux échelles micro-méso et macroscopiques : propriétés thermiques et tribologiques", Thèse de Doctorat, Université de Mulhouse, 2001.
- [43] **Parry G.**, "Le cotonnier et ses produits", Techniques Agricoles et Productions Tropicales, 1982.
- [44] **Perré P.**, "Le séchage du bois", Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, ENGREF, Nancy, Novembre 1993.
- [45] **Perré P., Houngan A. C., Jacquin P.**, "Mass diffusivity of Beech determined in unsteady-state using a magnetic suspension balance", Drying technologies, Article on line.

- [46] **Ponce Alberola C.**, "Détermination simultanée du retrait et de la teneur en eau d'équilibre sur microéchantillons selon les trois directions d'anisotropie du bois : Validation de la méthode et comparaison entre bois naturel et bois traité thermiquement", Rapport de D.E.A. en Science du Bois, Université de Nancy I, LERMaB UMR INRA, 2001.
- [47] **Postle R. et Munden D. L.**, "Analysis of the dry-relaxed knitted-loop configuration. Part I: Two dimensional analysis", *Journal of the Textile Institute*, vol.58, n°8, 1967, ppT329-T365.
- [48] **Pruzan P.**, "Quelques aspects de la physique de la glace", Laboratoire de Physique des Milieux Condensés (LPMC), Université Paris VI, CNRS en ligne : Sagascience@cnsr-dir.fr.
- [49] **Rémond R.**, "Approche déterministe du séchage des avivés de résineux de fortes épaisseurs pour proposer des conduites industrielles adaptées", Thèse de Doctorat de l'ENGREF de Nancy, Ecole Nationale du Génie Rurale des Eaux et des Forêts, 2004.
- [50] **Roch J.**, "Analyse physique de la fibre de coton", Institut de Recherches du Coton et des Textiles Exotiques (I.R.C.T), 1968.
- [51] **Roehrich O.**, "la fibre de coton", Institut de Recherches du Coton et des Textiles Exotiques (I.R.C.T), 1950.
- [52] **Rios C.R., Ogin S.L., Lekakou C., et Leong K.H.**, "A study of damage development in a weft knitted fabric reinforced composite: Part I—Experiments using model sandwich laminates", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, article en Press, accessible en ligne depuis 19 April 2006.
- [53] **Scholefield F.**, "fibre science", The Textile Institute, Département de chimie textile Collège de Technologie de Manchester, Manchester, 1949.
- [54] **Shade J., Gortler S., He L. W., Szeliski R.**, "Layered depth images", *Proceedings of the 25th Annual Conference on Computer Graphics and Interactive Techniques SIGGRAPH '98*, July 1998.
- [55] **Siau J.-F.**, "Transport processes in Wood", Springer- Verlag, Berlin Heidelberg New York, Tokyo, 1984, 236pages.
- [56] **Su, P.-G., Wu R.-J.**, "Uncertainty of humidity sensors testing by means of divided-flow generator", *Measurement*, 36, 2004, pp21-27.

- [57] Tarchevsky I. A., et Marchenko G. N., "Cellulose : Biosynthesis and Structure", Springer- Verlag, Berlin Heidelberg New York, Traduit de l'Allemand par Backinowski L. V. et Chlenov M. A., Allemagne, 1991, 322pages.**
- [58] Zhu Y. M., Babot D., Peix G., Goutte R., "Nouvelle méthode de mesure de la FMT d'un système d'imagerie à barrette". Revue Pratique de Contrôle Industriel. n°173, 1992.**
- [59] Zhu Y. M., Kaftandjian V., Peix G., Babot D., "Modulation transfer function evaluation of linear solid-state x-ray sensitive detectors using edge techniques". Applied Optics. Vol. 34(22), 1995, pp4937-4943.**

## Liste des Publications

**BHOURI N., BADEL E., BEN NASRALLAH S., PERRE P., 2009** : «*Comparison of the 2-D deformation of ironed and non ironed plain weave fabric during relative humidity cycles.*», Textile Research Journal 79 (18), 1696-1705.

**BHOURI N., BADEL E., BEN NASRALLAH S., PERRE P., 2009** : «*Shrinkage/Swelling behaviour of knitted fabrics during relative humidity cycles determined by X-ray imaging*», Journal of Porous Media 12(5), 403-415.

**BHOURI N., BADEL E., BEN NASRALLAH S., PERRE P., 2008** : «*The influence of ironing process on the 2D deformation of plain weave fabric during relative humidity cycles* », Article in press du Journal of the Textile Institute (Soumis le 11/01/2008 et Accepté en version finale le 28/05/2008).

**BHOURI N., HOUNGAN A., PERRE P., 2007** : «*Etude de l'influence du liage Jersey sur les capacités de sorption des fils en Coton pour deux Températures différentes*», Congrès de la Société Française de Thermique, SFT\_2007, 29/05-01/06/2007, Marseille - France. (Communication orale).

**BHOURI N., HOUNGAN A., PERRE P., 2006** : «*Détermination des isothermes d'adsorption et de désorption d'un tissu à l'aide d'une balance à suspension magnétique*», 1<sup>er</sup> Séminaire Maghrébin sur les Sciences et les Technologies de Séchage, SMSTS'2006, 17-18-19 Décembre 2006, Tozeur – Tunisie. (Communication orale).

**BHOURI N., BADEL E., PERRE P., 2006** : «*L'imagerie par rayon X pour la mesure sans contact de la déformation des matériaux fibreux sous contrainte hydrique*», Techno Dating, journée textile du 06/12/2006, Organisée par le Pole fibre Naturelle Grand EST EPINAL – Nancy. (Communication orale).

**BHOURI N., BADEL E., BEN NASRALLAH S., PERRE P., 2006** : «*Comparaison entre les déformations libres d'une Toile et d'un Jersey sous l'effet de variations de leurs conditions hydriques.* » The second International Conference of Applied Research in Textile, CIRAT\_2, Monastir - Tunisia 30/11-02/12/2006. (Communication orale).

**BADEL E., BHOURI N., PERRE P., 2006** : «*L'utilisation de l'imagerie X numérique pour la mesure sans contact de la déformation de tricot de coton sous stress hydrique*», 7<sup>ème</sup> Colloque international "Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie" Mulhouse - France, 20-24 Novembre 2006. (Communication orale).

**BHOURI N., BEN NASRALLAH S., BADEL E., PERRE P., 2006** : «*Non-contact measurement of the deformation of knitted fabrics under the influence of the variations of climatic conditions*», The 3<sup>rd</sup> International Conference of Textile Research Division National Research Centre Cairo, Egypt, April 2-4, 2006. (Communication orale).

**BHOURI N., BEN NASRALLAH S., BADEL E., PERRE P., 2005** : «*Mesure expérimentale de la déformation sous l'effet des variations des conditions climatiques d'un tricot par traitement d'images*», le 8<sup>ème</sup> Colloque National de la Recherche en Physique, CNRP\_8, Sousse, Tunisie 20-23 Décembre 2005. (Communication orale).



# Comportement thermodynamique et dimensionnel des matériaux textiles soumis à des variations des conditions climatiques

---

## Résumé :

Ce travail constitue une contribution à l'étude de l'influence de la déformation libre des fibres textiles sous l'effet des contraintes hydriques sur la structure globale d'un tricot Jersey et d'un tissu Toile en coton, ayant subi les mêmes traitements de finition.

Une comparaison entre les capacités de sorption du Jersey et des fils défilés de leur structure montre que le serrage géométrique limite les capacités de sorption du Jersey. Les coefficients du tenseur déformation plane du Jersey sous l'effet d'un cycle d'adsorption/désorption montre un gonflement croissant en fonction de l'humidité au moment de l'adsorption et un rétrécissement presque linéaire au moment de la désorption pour reprendre ses valeurs initiales marquant ainsi l'effet mémoire de l'état relaxé de la structure.

L'influence du repassage sur le comportement de la Toile en coton sous l'effet de deux cycles continus successifs d'adsorption/désorption est étudiée. Les résultats montrent que l'aplatissement des fils dans la structure génère une amplification de la déformation plane résultante. Un deuxième cycle d'adsorption successif montre l'annulation complète de l'effet de repassage. Une comparaison entre les isothermes d'adsorption et de désorption d'un tissu Toile repassé et non repassé montre que les isothermes de sorption de la Toile repassée et non repassée se collent dès la troisième zone de l'isotherme du premier cycle d'adsorption, ce qui explique que l'encombrement stérique des molécules d'eau dans la structure de la Toile repassée génère un réarrangement stéréochimique de la structure supramoléculaire pour reprendre une forme similaire à la Toile non repassée.

---

## Mots clés :

- |                           |                             |                             |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| - Coton                   | - Imageries X               | - Repassage / Froissabilité |
| - Hystérésis de sorption  | - Gonflement/Rétrécissement | - Méthode inverse           |
| - Adsorption / Désorption | - Relaxation                | - Toile / Jersey            |
| - Isothermes de sorption  | - Anisotropie               | - Rayon capillaire          |



# Thermodynamic and dimensional behavior of textile materials under climatic variations

---

## Abstract:

The 2D deformation of bleached plain weave and Jersey cotton ready to wear clothing was measured during adsorption and desorption cycles. The strain along warp and weft directions and the shear deformation were evaluated by image correlation process. The dimensional variations are explained by geometrical consideration of the structure at microscopic (fibers scale) and macroscopic levels (yarns scale). Indeed, the reaction between water vapor molecules and material enlightens two steps. At first, the swelling fibers fill the micro pores inside the yarns. Then, the yarns swell and push on their neighbors to fill up the macro pores and cause the macroscopic swelling of the overall structure. During the desorption phase, the fibers shrink to create a free space inside the plain weave structure that will be relaxed to find its initial state. The shear deformation is related to the cohesion by twist between cotton fibers.

The ironing generates flattened yarns and increases their friction which amplifies the deformation during the first adsorption cycle. However, this effect is cancelled at the end of the first adsorption / desorption cycle with no memory effect of the ironing process. These results are confirmed by comparison between sorption isotherms of ironed and not ironed plain weave samples.

A comparison between the sorption capacity of Jersey and yarn made of the same structure shows that the geometric form decreases the sorption capacity of jersey especially at high humidity. Then knitting affects the swelling of yarns and decreases their sorption capacity.

---

## Key Word :

- Cotton
- Sorption hysteresis
- Adsorption / Desorption
- Sorption isotherms
- Imageries X
- Swelling / Shrinkage
- Recovery
- Anisotropy
- Ironing / Wrinkled
- Inverse Method
- Toile / Jersey
- capillaries