

Etude des fibres naturelles courtes pour composites

Michel Beckers (Celabor), avec la collaboration de Didier Garray (Sirris)

1. Introduction	3
2. Types de fibres.....	3
3. Point de vue des plasticiens	3
4. Caractéristiques importantes des fibres.....	4
5. Intervention de Celabor et autres laboratoires	5
6. Equipements de Celabor	5
7. Forces et faiblesses de l'analyse d'image.....	7
8. Caractéristiques importantes des fibres en dimensions	8
8.1 Prélèvement et répétabilité	9
8.2 Longueur et largeur.....	9
8.2.1 Longueur géodésique par nombre.....	11
8.2.2 Longueur géodésique par volume	11
8.2.3 Longueur géodésique des fibres supérieures à 200 µm	12
8.2.4 Longueur géodésique des fibres de rapport longueur/diamètre supérieur à 3.....	12
8.2.5 Interprétation de la longueur	13
8.2.6 Largeur géodésique.....	13
8.2.7 Aspect ratio	13
8.2.8 Influence de la grandeur d'image.....	14
8.3 Rectitude.....	14
8.4 Taux de poussière	15
8.5 Grosses particules	15
8.6 Amas	15
8.7 Corrélation avec le tamisage.....	18
9. Prix des fibres	18
10. Reproductibilité	19
11. Adhérence entre les fibres et la matrice	20
12. Alimentation des fibres aux machines de production.....	20
13. Exemples de résultats sur éprouvettes de test.....	21
14. Conclusions	24
15. Règles pour le choix et le contrôle des fibres	25
15.1 Règles pour la mesure	25
15.2 Règles pour l'interprétation	25

15.3 Règles pour la détermination de la reproductibilité	25
16. Certificats.....	26
17. Références	26
18. Annexe 1 : Interprétation de la longueur	26
18.1 Résultats obtenus	26
18.2 Explication partielle par le procédé de coupage	27
18.3 Examen de la répartition par classes	27
18.4 Elimination des amas	28
18.5 Conclusion	30
19. Annexe 2 : Certificats.....	30
20. Annexe 3 : Exemple de calcul de reproductibilité	35
21. Annexe 4 : Le tamisage	36

Ce document présente des résultats du projet CILAB (Composite Innovation Laboratory), soutenu par la Wallonie et le Feder.



**Ce document est provisoire, il est publié ici à la seule fin de montrer à nos clients ce que Celabor peut faire pour les aider à caractériser leurs fibres courtes de renforcement des plastiques. Les études et recherches pour l'amélioration des méthodes décrites ci-dessous se poursuivent actuellement.
Le document sera régulièrement mis à jour.**

Comme il s'agit plus d'une philosophie que d'une théorie, les éléments de l'étude peuvent être adaptés aux demandes particulières des clients.

Celabor peut délivrer, sur demande, deux types de certificats relatifs aux mesures des fibres courtes :

Certificat de Qualité : attestation de la qualité mesurée des fibres

Certificat de Conformité : attestation de la qualité de fibres par rapport à une autre qualité prise comme référence.

1. Introduction

Le renforcement des plastiques injectés ou extrudés par des fibres naturelles courtes est un sujet à l'ordre du jour, avec pour objectif le remplacement, au moins partiel, des fibres de verre, voire – mais c'est bien moins certain - des fibres de carbone.

La présente étude se veut d'être purement pratique et nous nous plaçons donc dans le point de vue de l'utilisateur final, dans ce cas les plasticiens et fabricants de composites.

Dans la suite, nous appellerons biocomposites les composites comprenant à la fois un polymère naturel (comme le PLA, le PA11, etc...) et des fibres naturelles (comme le lin le chanvre, le bois, etc...). Les composites comprenant des fibres naturelles dans une matrice polymérique issue du pétrole seront simplement considérés comme des « composites à fibres naturelles».

Néanmoins, comme nous ne nous occuperons dans cet exposé que des fibres naturelles en elles-mêmes, cette distinction n'aura pas beaucoup d'intérêt dans la suite.

2. Types de fibres

Les seules fibres qui seront examinées ici sont le lin et le chanvre qui sont de même nature, sont cultivables en Europe et ont des propriétés de résistance mécanique très intéressantes. Les fibres courtes nécessaires pour les procédés d'injection et d'extrusion considérés sont :

- Soit des résidus de lignes de défibrage ou de teillage
- Soit des fibres plus longues coupées
- Soit des fibres plus longues broyées ou meulées.

3. Point de vue des plasticiens

Les études théoriques ou mathématiques, ainsi que les tests réalisables uniquement en laboratoire, n'intéressent pas vraiment les utilisateurs tels que les plasticiens et fabricants de composites.

De même ces utilisateurs finaux sont assez insensibles à des aspects qui concernent néanmoins grandement les agriculteurs et les transformateurs, tels que :

- Les différentes semences existantes
- Les conditions de culture, et les difficultés des agriculteurs en ce qui concerne le climat, les moments de récolte, etc.
- Les problèmes de la transformation, la rentabilité des différents produits et sous-produits de la transformation.

Des livres très bien documentés existent sur ces sujets et font foi dans le domaine (1). Les injecteurs et extrudeurs attendent qu'on leur propose des solutions sur leur terrain propre et ne jugeront les résultats qu'en fonction de leur expérience pratique et des demandes de leur marché.

Les fabricants ne prendront pas le risque de modifier leurs lignes de fabrication en fonction d'une nouvelle utilisation potentielle aléatoire, et les fibres naturelles doivent donc s'intégrer dans les moyens de production existants.

Les préoccupations de ces utilisateurs ne sont pas encore vraiment de savoir ce qu'ils feront quand les plastiques traditionnels ne seront plus disponibles ou trop coûteux (par suite de l'épuisement des réserves de pétrole). S'ils sont ouverts à la discussion sur ce sujet, leurs questions sont encore nombreuses et on peut en citer quelques unes :

- Quelles caractéristiques techniques les polymères naturels et les fibres naturelles apportent-ils à mes produits, réalisés actuellement avec des polymères traditionnels et des fibres de verre ou de carbone ?
- Quelle sera la durabilité des nouveaux produits ?
- Sous quelle forme vais-je utiliser les fibres naturelles ? Vais-je trouver sur le marché des granulés composés du polymère dont j'ai besoin et de fibres qui me conviennent ?
- Cette matière première sera-t-elle disponible sur le marché toute l'année, pendant un nombre d'année important, avec des prix suffisamment abordables et stables ?

Il y a encore du chemin à faire pour pouvoir répondre à toutes ces questions et rassurer les industriels du plastique.

Au niveau des fibres, en dehors des questions commerciales et financières, les principales réponses techniques à apporter concernent d'une part la qualité des fibres (granulométrie et morphologie) et d'autre part leur reproductibilité.

Autrement dit : quelles fibres vais-je recevoir, et comment vérifier, six mois plus tard, que je reçois les mêmes fibres ?

C'est à ces questions que Celabor tente de trouver des réponses adéquates.

4. Caractéristiques importantes des fibres

Les caractéristiques des fibres qui interviennent le plus dans les propriétés finales du composite sont la résistance des fibres et leurs dimensions. Les propriétés du composite dépendent encore d'autres facteurs très importants comme l'adhérence fibre-matrice et la quantité relative de fibres (% en poids ou en volume) dans le composite.

La résistance des fibres courtes ne peut être mesurée, puisqu'il est impossible de placer ces fibres dans les mâchoires d'une machine de traction.

Uniquement dans le cas où les fibres courtes sont des fibres longues en ruban (donc provenant d'une ligne de production textile) qui sont ensuite coupées, il est possible de mesurer la résistance des fibres longues avant le coupage.

Mais dans tous les autres cas, il faut donc examiner l'influence de la résistance des fibres sur des éprouvettes de composite complètes fibre-matrice, et à ce moment là l'inconnue de l'adhérence fibre-matrice rend difficile l'interprétation.

De quels moyens dispose-t-on pour influencer les caractéristiques des fibres ?

Au niveau de la résistance, on ne peut l'influencer qu'en agissant sur le côté agricole, donc pour l'utilisateur final ce n'est pas une solution, il est déjà trop tard.

Au niveau des dimensions, on peut les influencer comme suit :

- S'il s'agit de sous-produits d'une ligne de transformation, on ne peut guère changer la longueur et la finesse qu'en sélectionnant une partie de la matière, donc, par exemple, en la tamisant.

- S'il s'agit de fibres coupées, on peut évidemment choisir la longueur de coupe.
- S'il s'agit de fibres broyées ou meulées, le taux de broyage (dimension des grilles) ou de meulage influence les dimensions finales des fibres. Le résultat reste très difficile à prévoir, il faut faire des essais systématiques pour arriver à maîtriser les paramètres.

La finesse évolue lors des traitements, en général plus une matière est travaillée, plus elle s'affine (souvent en même temps qu'elle se raccourcit).

5. Intervention de Celabor et autres laboratoires

Le domaine des fibres naturelles est un domaine assez complexe, et donc il est difficile pour un laboratoire d'en maîtriser tous les aspects.

Celabor a dès lors décidé de se spécialiser dans l'étude granulométrique et morphologique des fibres courtes. A cette fin, le laboratoire s'est équipé de 3 appareils d'analyse de dimensions et de forme basés tous trois sur le principe de l'analyse d'image : chaque fibre est vue par une caméra ou un scanner comme un objet à 2 dimensions, dont le système peut mesurer et calculer tous les paramètres.

En ce qui concerne l'influence de ces dimensions et formes sur les propriétés du composite, Celabor collabore avec le centre de recherche Sirris qui possède d'une part les machines de compoundage pour mélanger les fibres à la matrice polymérique, et d'autre part, les machines pour réaliser et tester les éprouvettes de composite pour déterminer leur résistance en traction et en flexion, ainsi que leur résistance aux chocs.

6. Equipements de Celabor

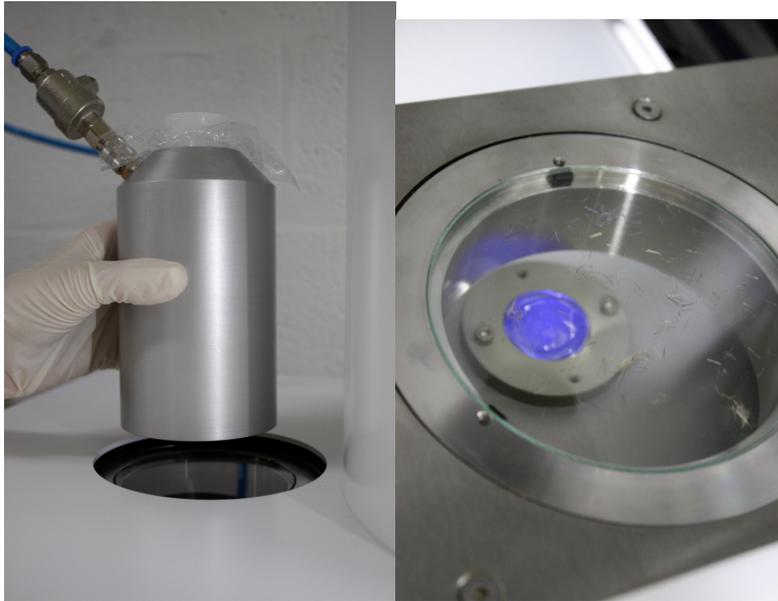
Les 3 appareils d'analyse d'image utilisés à Celabor peuvent se définir simplement comme suit :

- L'appareil Zéphyr est un appareil dynamique, dans lequel les fibres tombent verticalement devant une caméra qui prend un certain nombre de photographies. Le nombre de fibres peut donc être très grand, mais il ne faut pas que les fibres collent entre elles.



- L'appareil 500Nano est un appareil statique, dans lequel les fibres déposées sur une membrane de plastique sont aspirées dans une chambre de dispersion dans laquelle le vide a été fait ; la membrane explose et les fibres sont dispersées sur une plaque de verre qui passe alors devant une caméra qui l'explore progressivement. Le

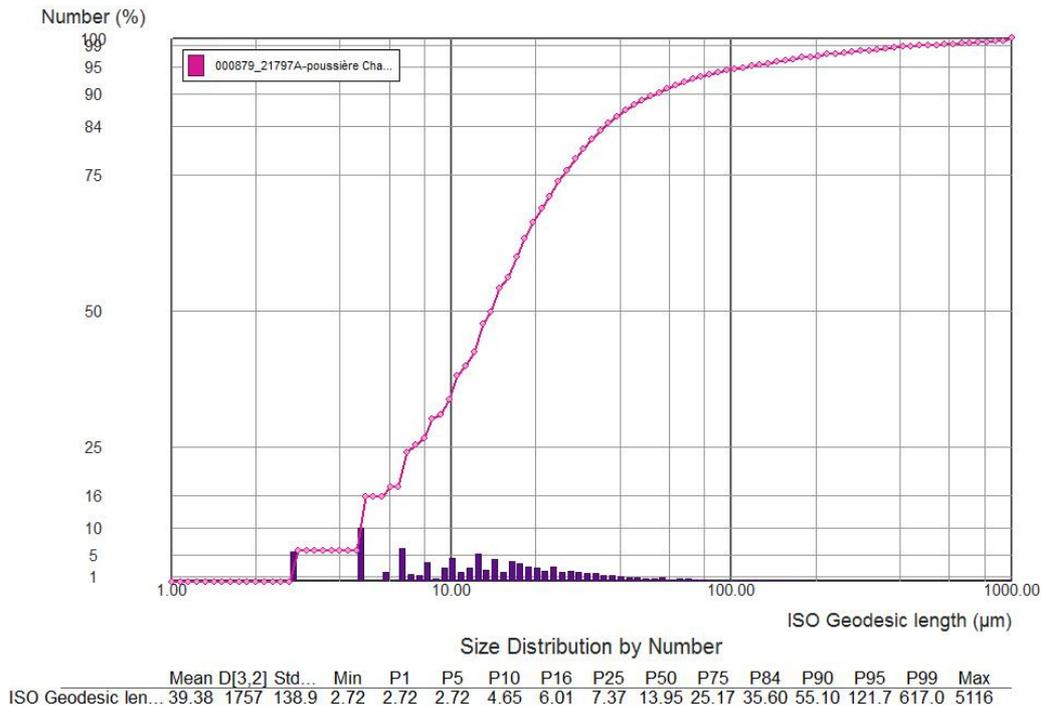
principe de dispersion par explosion autorise les fibres qui ont tendance à s'agglomérer.



- L'appareil Scan600 est également un appareil statique, qui travaille avec le même type de système de dispersion que le 500nano, mais sur des surfaces qui peuvent être nettement plus grandes. L'analyse est alors réalisée par un scanner plutôt qu'une caméra. Comme pour l'appareil précédent, les fibres peuvent être agglomérées.



Ces trois appareils travaillent avec le même logiciel nommé Calisto, qui analyse chaque particule et peut donc en donner les différentes dimensions et surfaces. Le logiciel calcule aussi toutes les données statistiques telles que moyenne, médiane, écart-type, etc. Dans la suite, pour limiter le nombre de chiffres, nous ne nous intéresserons qu'à la moyenne, car il s'agit du paramètre le plus utilisé dans l'industrie. Il faut cependant bien garder à l'esprit que le système d'analyse peut également fournir la dispersion des valeurs individuelles autour de cette moyenne, avec les diagrammes correspondants, comme celui de la figure suivante



Le logiciel permet de traiter les données de différentes façons, notamment en utilisant des « filtres » qui permettent d'éliminer certaines fibres du calcul des statistiques. On peut ainsi décider de ne pas tenir compte des fibres dont une dimension est en-deçà ou au-delà d'une certaine valeur, ce qui permet une analyse plus fine et plus ciblée.

7. Forces et faiblesses de l'analyse d'image

Les appareils d'analyse d'image ont de grands avantages :

- Ils sont précis, leur précision dépend essentiellement de la résolution des caméras utilisées ; les performances de ces caméras sont régulièrement améliorées.
- Ils permettent l'analyse d'un grand nombre de fibres, ce nombre étant à peine limité par la puissance de calcul et de mémorisation des ordinateurs accouplés au système de prise d'images, donc ils fournissent une bonne statistique.

Ces mêmes appareils ont cependant également des limitations qui peuvent, dans certains cas altérer les résultats :

- Le système est limité à une image en 2 dimensions, on ne dispose donc pas de la forme tridimensionnelle de la particule analysée.
- Un des principes de base est que l'analyse des particules élimine automatiquement toute fibre qui touche un des bords de l'image.
- Deux ou plusieurs fibres qui se touchent ou se croisent sur l'image seront considérées par le système comme une seule particule de forme particulière.

Le deuxième défaut mérite qu'on s'y attarde un peu. Les dimensions de l'image disponible dépendent de la résolution de la caméra ou du scanner : plus la résolution demandée est précise, plus l'image disponible sera petite.

Il faut bien dire que, parmi tous les types de particules que l'on désire analyser dans les différentes industries, les fibres constituent certainement les plus « méchantes », c'est-à-dire les plus difficiles à appréhender. En effet, par définition, une fibre est un objet dont la longueur est nettement plus grande que sa largeur. Si on veut étudier sa largeur avec précision, il faudra donc une résolution très fine de l'appareil. Mais alors l'image sera petite

et il sera difficile d'avoir une bonne idée de sa longueur, puisque la fibre aura tendance à toucher un des bords de l'image et à être éliminée du calcul.

Etudier des fibres de longueur comparable aux dimensions de l'image conduit donc inévitablement à éliminer les plus longues d'entre elles, donc à sous-estimer la longueur moyenne.

Dès que les plus longues des fibres ont une certaine longueur, on doit donc disposer d'une image suffisamment grande tout en conservant une forte résolution, sinon c'est sur la largeur que l'on va perdre de la précision.

C'est pour améliorer cette situation que l'appareil Scan600 a été développé après l'appareil 500Nano.

8. Caractéristiques importantes des fibres en dimensions

Des normes internationales ISO existent pour l'analyse granulométrique et morphologique des particules. C'est notamment sur ces normes que les développeurs d'appareils de mesure se sont basés pour définir les paramètres calculés par l'ordinateur de ces appareils.

(2)

Tout au long de ce chapitre, nous allons montrer quelles sont les principales caractéristiques des fibres et, dans cette optique, nous comparerons deux matières très différentes :

- La première matière correspond à des fibres de lin, obtenues en coupant un ruban de fibres alignées, provenant d'une ligne de production textile, à une longueur théorique de 4 mm. Il s'agit donc de belles fibres longues et propres qui sont coupées à la longueur voulue. Dans la suite nous l'appellerons simplement "Lin X".



- La deuxième matière correspond à des fibres de chanvre, qui sont plus ou moins des « déchets » de fibres récoltées à la fin d'une ligne de production de particules de chanvre destinées au béton chanvre-chaux et à l'isolation des bâtiments. Il s'agit donc de fibres plus hétéroclites que les premières, et qui sont plus poussiéreuses. Dans la suite nous l'appellerons simplement "Chanvre Y".



Les valeurs données ici sont la moyenne des valeurs obtenues lors de 5 mesures répétitives sur l'appareil Occhio, avec une résolution d'environ $4 \mu\text{m}/\text{pixel}$ et une dimension d'image d'environ $10 \times 14 \text{ mm}$.

8.1 Prélèvement et répétabilité

Les échantillons utilisés par les analyseurs de particules sont généralement très petits. Le prélèvement d'échantillons représentatifs n'est donc pas facile et demande un certain soin, mais il est quasiment impossible d'avoir une éprouvette qui représente parfaitement la population.

C'est pourquoi nous prélevons systématiquement 5 échantillons de test pour des mesures répétitives (10 pour les matières plus critiques).

Il s'avère généralement que la répétabilité des 5 mesures est assez bonne, et s'il y a des différences, elles sont situées aux extrémités de la distribution.

La valeur des paramètres tels que longueur et largeur est alors calculée comme la moyenne des 5 mesures.

8.2 Longueur et largeur

Quand on pense aux dimensions d'un objet, on imagine directement la longueur et sa largeur.

Pour une fibre, ces valeurs sont également très importantes voire les plus importantes.

Mais, au contraire de la plupart des particules qu'on analyse dans l'industrie, la longueur et la largeur ne sont pas du même ordre de grandeur, et c'est la définition d'une fibre : un objet dont la longueur est beaucoup plus grande que sa largeur.

La connaissance des deux paramètres est indispensable. La difficulté de les mesurer est double :

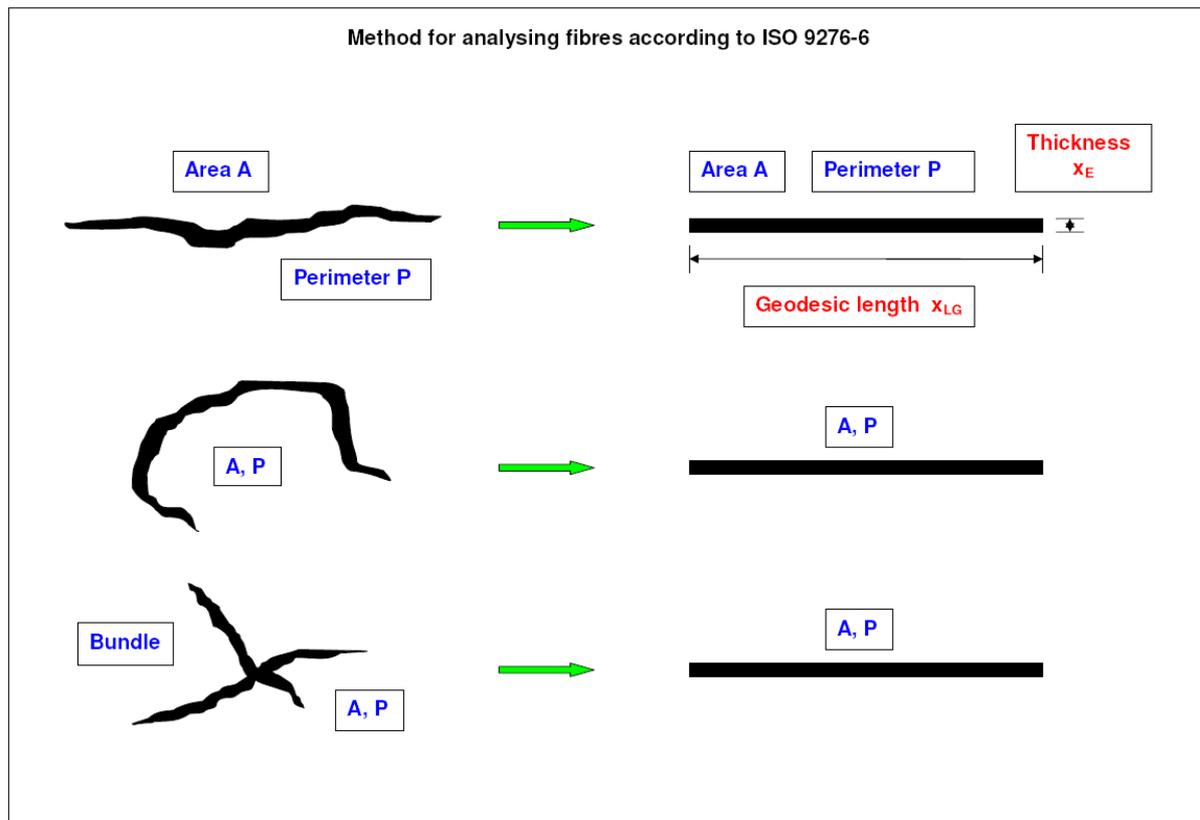
- Il est difficile d'obtenir une image qui soit idéale à la fois pour la longueur et pour la largeur, comme expliqué ci-dessus.

- Plus la fibre est longue, plus elle a de chance de ne pas être droite, c'est-à-dire rectiligne ou bien alignée. Une fibre est un élément flexible qui se courbe facilement. Or la majorité des paramètres informatisés destinés à mesurer les dimensions d'une particule font appel à une technique où deux droites parallèles viennent se placer tangentiellement de part et d'autre de la particule et où on mesure la distance entre ces deux droites.

On conçoit immédiatement que pour une fibre courbée, cette technique conduit à sous-estimer sa longueur et à surestimer fortement sa largeur.

Il a donc fallu développer des paramètres différents convenant aux fibres. Les premiers paramètres mis au point sont ce qu'on a appelé les paramètres géodésiques.

Concrètement, l'ordinateur mesure la surface et le périmètre de la particule, et détermine un rectangle qui a même surface et même périmètre que la particule, comme le montre la figure suivante.



Cette technique présente plusieurs avantages :

- Une fibre longue et fine donne bien un rectangle allongé et étroit, et une particule étrangère plus ou moins polygonale donne un rectangle court et large, ce qui respecte bien les différences entre la fibre et la particule.
- La fibre, qui peut éventuellement être courbée ou repliée sur elle-même, est automatiquement redressée. Bien sûr, dans la réalité, la fibre reste courbée, mais pour sa mesure, le redressement fictif est nécessaire.

Une autre technique possible, plus complexe, est d'utiliser ce que l'on appelle le squelette de la fibre : en partant d'une extrémité, on se dirige progressivement dans la fibre jusqu'à son autre extrémité, et on mesure la distance parcourue.

Nous ne considérerons ici que les paramètres géodésiques, qui sont d'un usage facile et commode. Il faut cependant noter que le principe des paramètres géodésiques n'est pas parfait (rien n'est parfait) et présente quelques petits défauts :

- Les paramètres géodésiques transforment la fibre en un élément dont la largeur est constante sur toute la longueur, ce qui n'est jamais le cas pour une fibre réelle.

- Deux fibres qui se croisent sont considérées comme une seule particule et l'ordinateur va donc en déduire un rectangle nettement plus long que chacune des fibres : il assimile ces deux fibres à une seule fibre beaucoup plus longue.

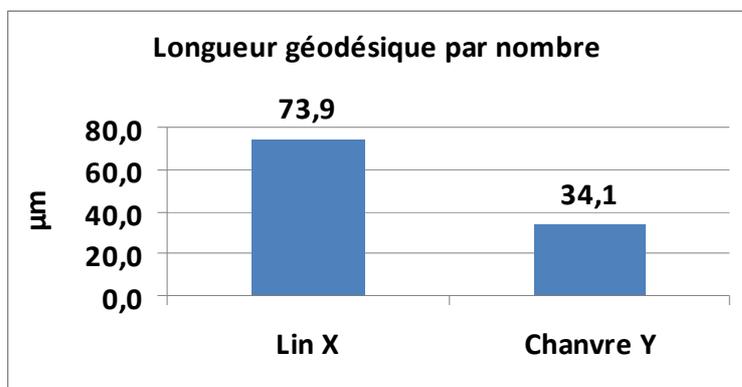
Mais il faut bien admettre certaines approximations si l'on veut avancer dans la connaissance des fibres. Le but n'est pas de connaître les dimensions exactes d'une seule fibre, mais bien de disposer de paramètres globaux d'un grand nombre de fibres, de manière à pouvoir établir des statistiques propres à caractériser un lot de fibres.

8.2.1 Longueur géodésique par nombre

Dans un calcul de moyenne par nombre, c'est la moyenne arithmétique conventionnelle qui est calculée : on additionne la longueur de toutes les fibres et on divise le résultat par le nombre de fibres.

Dans ce type de calcul, le résultat est largement influencé par les fibres très courtes qui sont généralement les plus nombreuses, et la valeur moyenne est donc faible par rapport à ce que l'on peut attendre (car quand on examine un ensemble de fibres, l'œil est inévitablement attiré par les fibres les plus longues du lot).

On remarque sur la figure suivante les valeurs très faibles de cette moyenne.



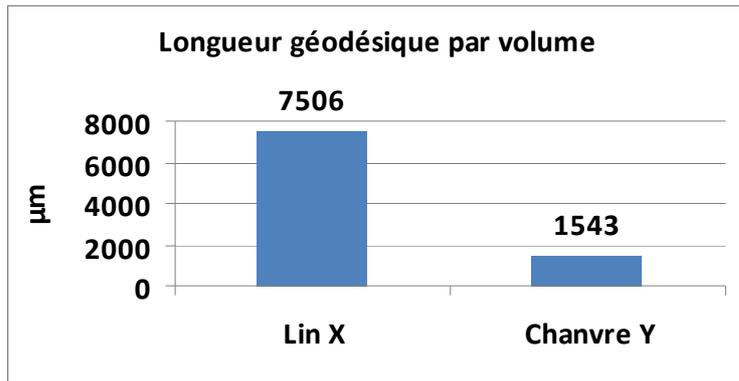
8.2.2 Longueur géodésique par volume

La longueur moyenne par volume est une moyenne pondérée, où la longueur de chaque fibre est pondérée par le volume estimé de la fibre.

Cette façon de travailler correspond en gros à ce que l'on fait quand on trie des particules à l'aide d'un système de tamis où l'on pèse la quantité de particules présentes dans chacun des tamis : c'est le poids des particules qui est considéré, ce poids étant représentatif du volume des particules (si on suppose une densité constante).

Dans ce type de calcul, le résultat est largement influencé par les fibres les plus longues dont le volume est aussi le plus important, même si elles sont peu nombreuses, et la valeur moyenne est donc nettement plus élevée que la valeur calculée par nombre.

On remarque sur la figure suivante les valeurs assez élevées de cette moyenne. Notamment la valeur pour les fibres de lin est supérieure à la valeur de la coupe (4 mm), ce qui peut s'expliquer par la présence d'un ou plusieurs amas de fibres qui sont considérés, comme on l'a expliqué ailleurs, comme des fibres nettement plus longues.



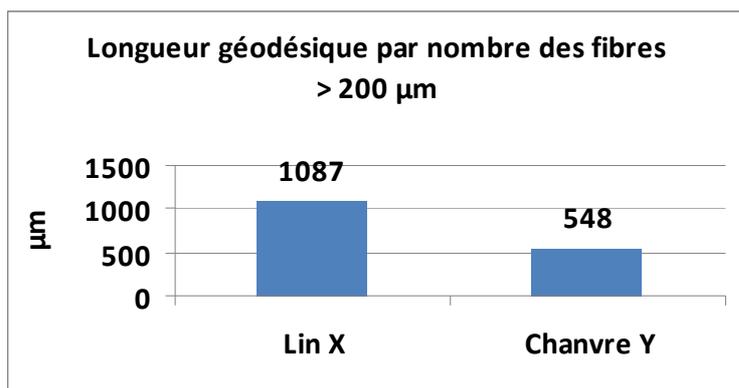
8.2.3 Longueur géodésique des fibres supérieures à 200 µm

Un lot de fibres naturelles comprend généralement des fibres de toutes les longueurs, depuis 0 jusqu'à une dimension maximale dépendant du procédé de fabrication (coupage, dimension de grilles ou de filtres...).

Puisque les fibres sont placées dans un polymère pour lui conférer une certaine résistance, il est évident que toutes les fibres, quelle que soient leurs dimensions, ne vont pas contribuer de la même façon au renforcement du composite. Généralement on admet que les fibres les plus longues apporteront plus de résistance que les fibres très courtes. Il y a une longueur de fibres en dessous de laquelle on peut considérer que ces fibres n'apportent pas de résistance supplémentaire au composite, et constituant plutôt ce que l'on appelle une « charge », donc un remplissage volumique destiné à épargner du polymère.

Il n'y a pas de règle sur la longueur minimum des fibres de renfort. Néanmoins, on sait que, dans l'industrie du papier, une fibre dont la longueur est inférieure à 200 µm, appelée « fine » est considérée comme ne participant pas vraiment à la résistance du papier. N'ayant pas d'autre référence, il nous a semblé pertinent de considérer la même valeur pour un composite et nous avons donc considéré que toutes les fibres de longueur géodésique inférieure à 200 µm devaient être considérées comme du « remplissage » plutôt que du « renfort », on pourrait même dire qu'elles constituent de la « poussière » de fibre.

On remarque sur la figure suivante que les valeurs de cette moyenne sont situées entre les valeurs de la longueur géodésique non filtrée par nombre et par volume des mêmes fibres.



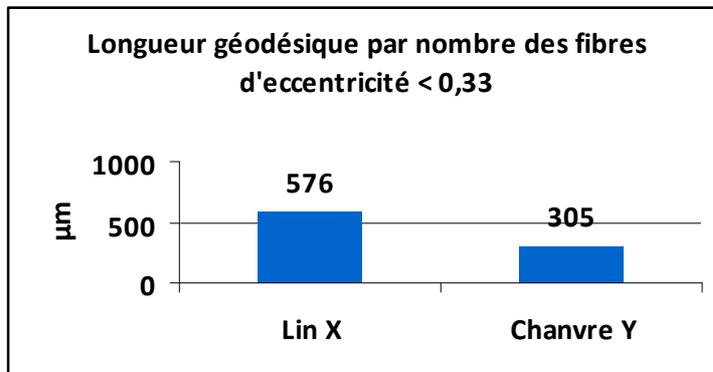
8.2.4 Longueur géodésique des fibres de rapport longueur/diamètre supérieur à 3

Cette longueur est calculée en ne tenant pas compte des fibres dont la longueur n'est pas au moins égale à 3 fois son diamètre apparent. Ceci pour pouvoir être en accord avec la norme française XP T 25-501-1 de 2010 qui demande de négliger les fibres qui ne répondent pas à ce critère.

Il faut cependant faire les remarques suivantes :

- dans notre approche, le "diamètre apparent" est remplacé par la "largeur géodésique" (voir paragraphe suivant)

- la norme est basée sur une mesure "manuelle" alors que notre mesure est automatique; or l'œil est attiré par les fibres les plus grosses et les plus longues alors qu'une caméra ne fait pas cette distinction; comme le dit la norme, le résultat automatique donne généralement des valeurs inférieures aux valeurs manuelles.



On constate que cette procédure d'élimination des fibres dont l'excentricité (rapport largeur/longueur) est supérieure à 0.33 donne des valeurs nettement inférieures à la procédure consistant à éliminer les fibres plus courtes que 200 µm. Mais la comparaison entre le lin X et le chanvre Y conduit aux mêmes conclusions.

8.2.5 Interprétation de la longueur

Lorsqu'on a coupé des fibres à une certaine longueur, on est étonné de ne pas retrouver cette longueur dans les valeurs de la longueur géodésique.

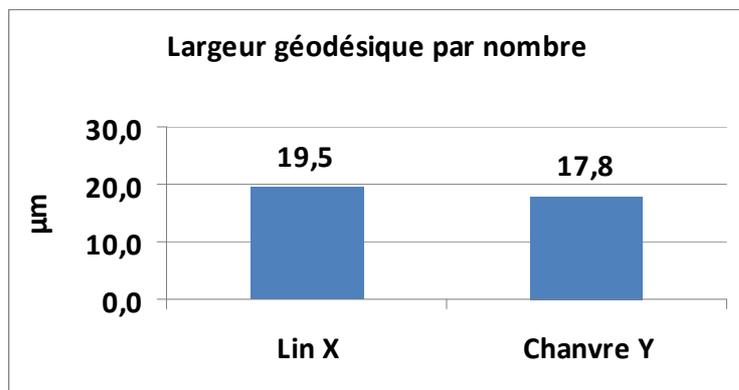
L'explication de ces différences est reportée dans l'annexe 1 de cet article.

8.2.6 Largeur géodésique

La largeur géodésique – communément appelée « finesse » ou improprement « diamètre » des fibres - est calculée ici uniquement par nombre, ce qui veut dire que la moyenne est influencée par les fibres les plus fines, qui sont souvent aussi les plus courtes.

On remarque sur la figure suivante que les valeurs des largeurs sont nettement moins différentes que les longueurs.

Nous n'avons pas appliqué ici de filtre, donc la finesse des fibres très courtes influence la valeur.



8.2.7 Aspect ratio

Ce que l'on appelle « aspect ratio » est le rapport entre la largeur et la longueur des fibres.

A noter que :

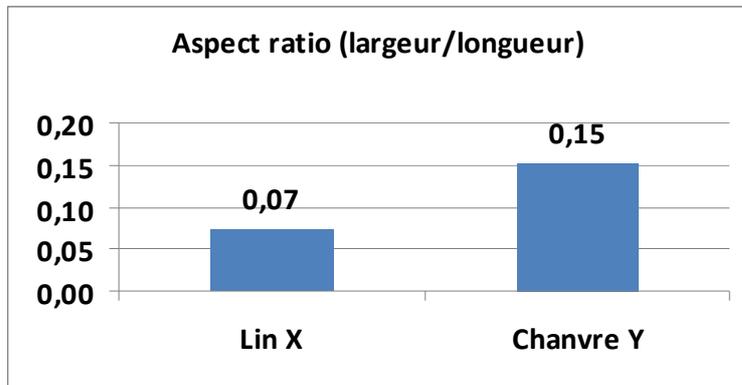
- la norme ISO utilise d'autre type de rapports sous le vocable « aspect ratio » et nomme improprement celui que nous utilisons ici « excentricité »

- parfois en textile on utilise le rapport inverse longueur/largeur.

Plus ce rapport largeur/longueur est petit plus la fibre est élancée (longue et fine), ce qui est a priori favorable pour le renforcement des matériaux.

Nous avons seulement examiné ici le rapport largeur/longueur des fibres de longueur supérieure à 200 μm , celles qui sont supposées renforcer le matériau composite.

On remarque sur la figure suivante que l'aspect ratio du lin est la moitié de celui du chanvre, donc plus favorable.

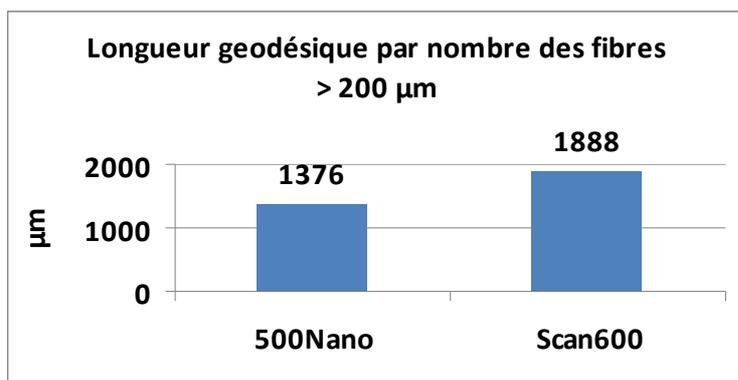


8.2.8 Influence de la grandeur d'image

Comme dit plus haut, la grandeur de l'image par rapport à celle des fibres peut influencer les valeurs, principalement celles des longueurs.

Pour le démontrer, nous avons passé un autre lot de fibres de lin sur l'appareil 500Nano avec une image de 10 x 14 mm et sur l'appareil Scan600 avec une image de 40 x 40 mm, tous deux avec une résolution d'environ 4 $\mu\text{m}/\text{pixel}$.

On remarque sur la figure suivante que la longueur géodésique moyenne des fibres plus longues que 200 μm est supérieure sur la Scan600 (grande image) à celle du 500nano (petite image). Il y a donc encore des progrès à faire dans le développement des appareils de manière à optimiser et à rendre encore plus exacts les résultats des mesures.



8.3 Rectitude

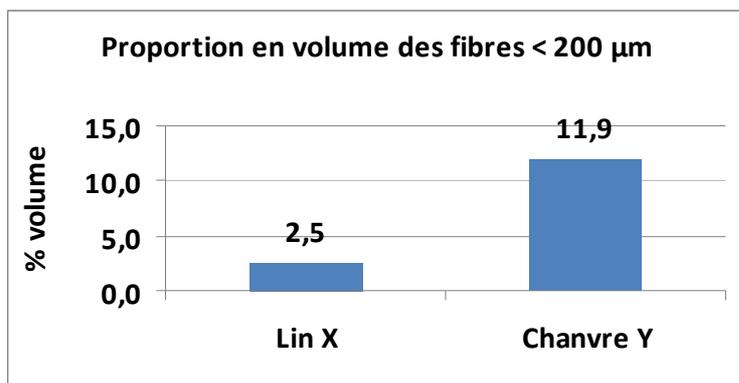
La rectitude, ou la courbure d'une fibre est évidemment une caractéristique importante puisque, pour pouvoir résister à une force de traction, la fibre doit être orientée dans la direction de la force. Une fibre courbée soumise à un effort de traction sur ses extrémités doit donc d'abord se redresser avant de pouvoir résister à l'effort. On souhaiterait donc que chaque fibre soit rectiligne ce qui est illusoire.

Heureusement, dans le domaine des fibres courtes considérées ici, le rapport longueur/largeur des fibres (parfois appelé « aspect ratio ») est moins important que dans le domaine des fibres longues, et les fibres ont donc moins tendance à se courber.

Les appareils d'analyse par image peuvent donner différents paramètres de mesure de la rectitude, notamment le rapport entre la longueur de la droite joignant les deux extrémités de la fibre (la corde) et la longueur de la fibre mesurée le long de son axe central (l'arc). Une fois de plus, il n'est pas possible de prendre en compte la rectitude de chaque fibre individuelle, on s'intéressera donc à la rectitude moyenne du lot de fibres considéré.

8.4 Taux de poussière

Ce paramètre commode permet de distinguer et comparer facilement des matières peu poussiéreuses (comme le lin textile coupé à une certaine longueur) et des matières très poussiéreuses (comme les sous-produits de la ligne de teillage ou de décortilage). Il est évident que la valeur arbitraire de 200 μm peut être remplacée, suivant les besoins ou les habitudes de chaque industriel, par n'importe quelle autre valeur. La valeur intéressante à connaître est le volume occupé par les fibres très courtes dans le volume général de fibres. On détermine donc la proportion en volume des fibres dont la longueur géodésique est inférieure à 200 μm . On remarque sur la figure suivante que le volume de « poussière » est presque 5 fois plus important dans la qualité chanvre que dans la qualité lin coupé.



8.5 Grosses particules

Dans chaque matière naturelle, on peut trouver des particules plus grosses qui ne sont pas des fibres (morceaux de chènevotte ou d'anas, de feuilles, etc.). Ces particules influencent les valeurs moyennes des propriétés des fibres. Cela ne se marque pas trop si on envisage un calcul par nombre, car ces particules sont peu nombreuses, mais cela peut modifier très fortement les valeurs par volume, puisque par définition ces grosses particules ont un volume beaucoup plus important que les fibres fines.

On peut soit les éliminer du calcul soit simplement les mesurer et les quantifier indépendamment des fibres.

Le logiciel des appareils permet :

- soit de les examiner ou éliminer individuellement en pointant sur leur représentation dans les graphiques
- soit de les éliminer par groupes en définissant une valeur d'un ou de plusieurs paramètres au-delà de laquelle la particule doit être considérée comme particule non fibreuse (par exemple on peut décider que toute particule dont la largeur est supérieure à 100 μm n'est pas une fibre).

8.6 Amas

Les fibres s'accrochent facilement entre elles. La technique l'explosion sous vide permet de les séparer en grande partie, mais on ne peut empêcher que certains « amas » (plusieurs fibres accrochées ensemble) subsistent.

Lors de l'atterrissage sur la plaque de verre réceptrice, plusieurs fibres peuvent également tomber l'une sur l'autre et former des amas.

On peut évidemment enlever manuellement les amas les plus importants, mais on n'arrive pas à les retirer tous.

Or un amas va être considéré, par la technique du calcul géodésique, comme une fibre très longue, ce qui va influencer le calcul de la moyenne.

A nouveau la technique du filtrage peut nous aider, comme l'a démontré P. Martin au cours de son travail de doctorat (3).

La caractéristique principale d'un amas est que son périmètre est important alors que sa surface réelle est assez faible. La surface «enveloppe» de l'amas est celle de l'espèce de "polygone" qui joint les différents sommets de l'amas (un peu comme si on tendait un élastique autour de cet amas de fibres). Le périmètre de cette particule virtuelle est évidemment nettement plus petit que celui de l'amas réel.

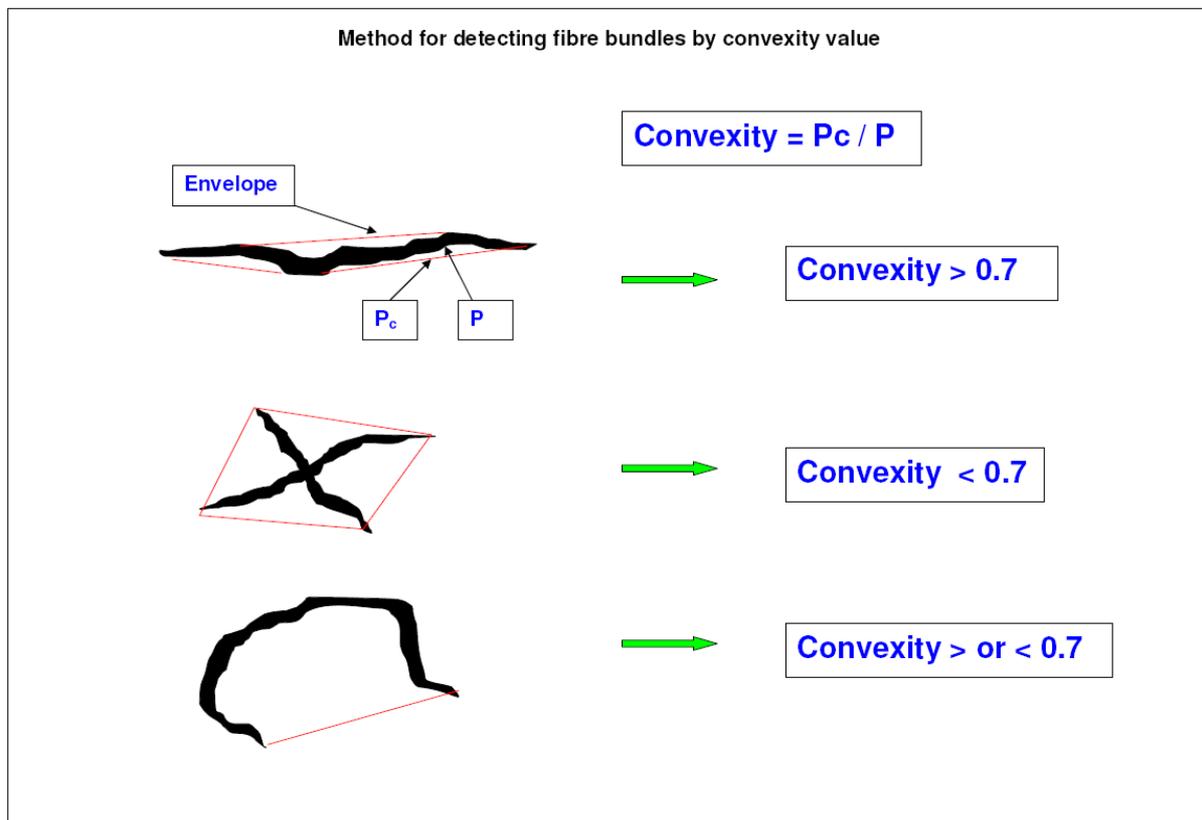
La valeur du rapport entre le périmètre de l'enveloppe et le périmètre réel est comprise entre 0 et 1 et on peut considérer que plus ce rapport est petit plus il y a de chances qu'on ait affaire à un amas.

En filtrant les fibres sur une certaine valeur de ce rapport (appelé « convexité » dans la norme ISO 9276), on peut donc éliminer l'influence des amas résiduels sur les calculs.

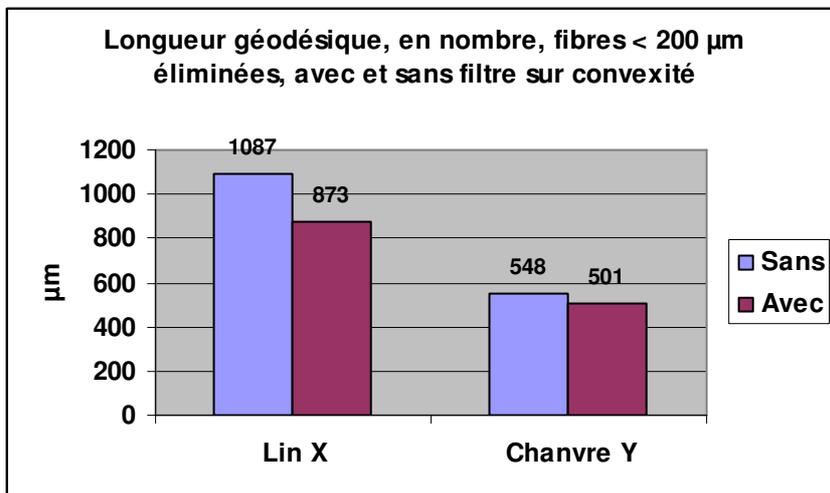
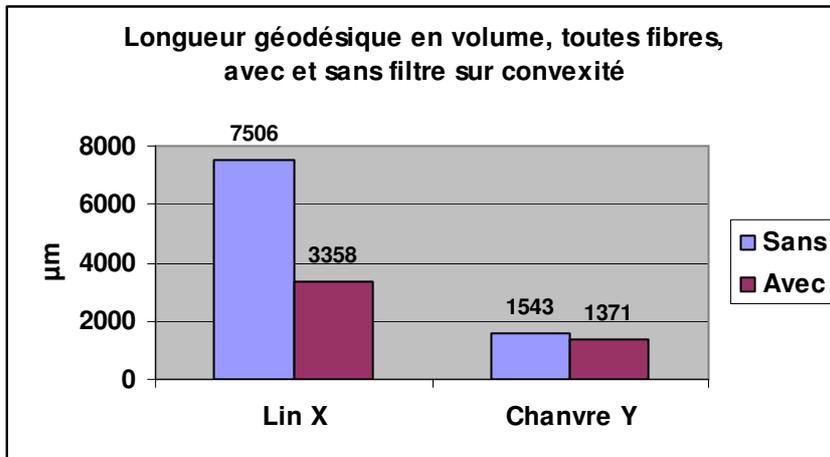
Un calcul théorique élémentaire conduit à une valeur de 0,71, alors que l'étude empirique réalisée par P. Martin conclut à une valeur de 0,67. Nous considérerons donc ici la valeur simplifiée 0,7.

L'inconvénient de cette méthode est qu'elle peut aussi éliminer des fibres simples mais fortement courbées, car dans ce cas le périmètre de l'enveloppe est également petit par rapport au périmètre de la fibre. Il faut cependant bien faire des choix.

La figure suivante explicite cette procédure basée sur la valeur de la convexité.



En utilisant la valeur simplifiée de 0.7, et en éliminant du calcul toutes les particules dont la convexité est inférieure à cette valeur, les diagrammes de la longueur géodésique par volume de toutes les fibres et celui par nombre des fibres supérieures à 200 μm deviennent les suivants.



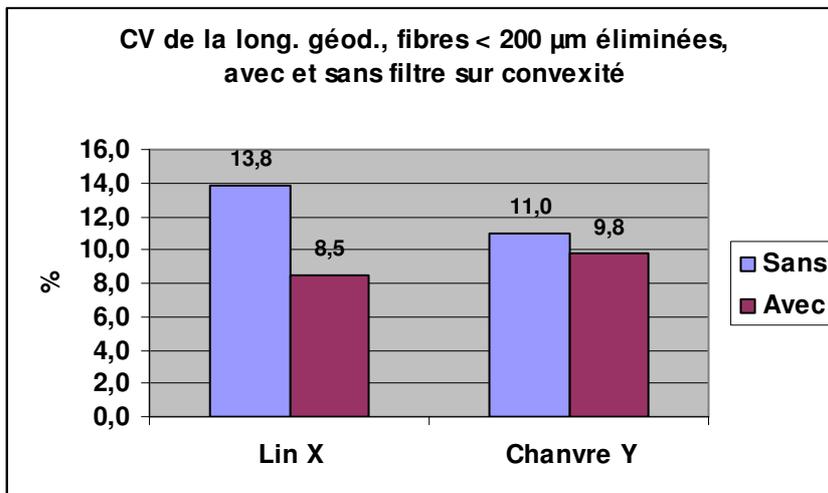
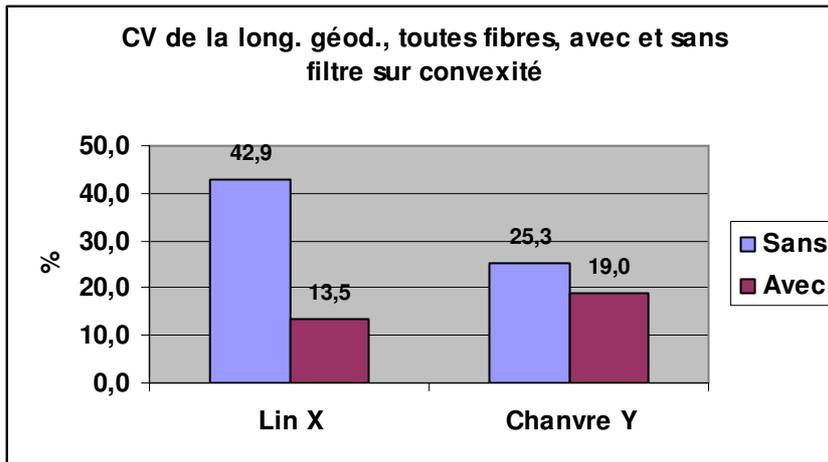
On constate que quand les fibres sont plus longues (le cas du lin X), l'élimination des amas a une forte influence sur les valeurs, ce qui se comprend car plus les fibres sont longues plus elles ont tendance à se croiser.

L'influence se marque évidemment nettement plus sur les valeurs en volume puisque les grosses particules (dont les amas) influencent fortement ces valeurs. La différence est moins marquée sur les valeurs en nombre.

Ce qui est également intéressant est que la dispersion entre les 5 mesures est fortement réduite par la filtration sur la convexité, comme le montrent les graphiques suivants.

Le CV (%) définit la dispersion entre les valeurs moyennes des 5 mesures répétitives.

L'obtention de CV entre 10 et 20 % est assez appréciable pour des fibres naturelles.



8.7 Corrélation avec le tamisage

Le tamisage est la méthode traditionnelle de classification des particules. Elle convient parfaitement pour des particules de forme plus ou moins ronde, mais induit en erreur lorsqu'on a affaire à des fibres.

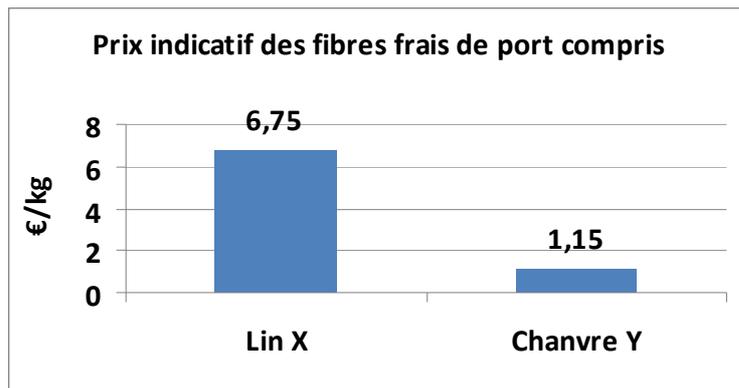
L'annexe 4 donne des informations plus précises sur la comparaison des résultats d'un tamisage et la mesure des fibres par analyse d'image.

9. Prix des fibres

On pourrait être tenté de déduire de l'analyse ci-dessus que seules les fibres de lin analysées sont intéressantes, puisque leurs caractéristiques granulométriques sont meilleures que celles du chanvre analysé.

Il faut cependant relativiser en fonction du coût d'achat des fibres. Et là tout dépend des caractéristiques exigées pour la pièce, mécanique ou autre, que l'on veut réaliser en composite renforcé de fibres naturelles. Si la pièce doit être bon marché et ne doit pas résister à des sollicitations particulières, une matière moins bonne qualitativement parlant mais bon marché sera suffisante. Si le prix final n'est pas le critère numéro parce que la pièce doit être plus résistante aux sollicitations, alors l'utilisation de meilleures fibres – plus chères – est indispensable.

La figure suivante donne une idée - tout à fait indicative - des prix d'achat des deux types de fibres considérés.



10.Reproductibilité

Une des plus grandes inconnues quand on parle de produit naturel est la reproductibilité. Est-ce que je reçois, cette livraison-ci, le même type de fibres que la livraison précédente ? C'est important car c'est ce qui peut donner confiance dans le produit.

La seule façon de le savoir est de mesurer et comparer.

Le tamisage, dans ce cas, ne donne que des informations très partielles et donc pas beaucoup de sécurité.

La mesure comparative en analyse d'image permet de mieux connaître les matières et de prendre la décision sur la reproduction de la qualité.

La méthode consiste à diviser, pour un paramètre donné – par exemple la longueur géodésique, la distribution en un certain nombre de classes. Connaissant la quantité de fibres présentes dans chaque classe pour la matière de référence et pour la matière à valider, on peut calculer le paramètre statistique nommé chi-carré. Si cette valeur est inférieure à une certaine valeur théorique, on peut considérer que les deux échantillons proviennent d'une même population, et accepter la livraison.

Il faut travailler sur les répartitions en volume, car si on choisit la répartition en nombre, les classes inférieures (faibles longueurs géodésiques) comportent beaucoup trop d'éléments par rapport aux autres classes. La répartition en volume est plus équilibrée. De plus elle correspond nettement mieux à l'impression que l'on dégage d'un tamisage traditionnel.

Le seul problème avec la répartition en volume est qu'elle attribue une plus grande importance aux grosses fibres ou particules, et donc également aux amas qui sont des parasites dans la distribution.

Pour obtenir une comparaison correcte des deux livraisons, il faut donc éliminer les amas des distributions. Ceci est possible en utilisant un filtre sur le paramètre « convexité » comme expliqué au chapitre 8.6. On sait qu'en faisant ce filtrage, on risque d'éliminer des fibres courbées, et que, comme, plus une fibre est longue plus elle a la possibilité de ne pas rester droite, on peut ainsi éjecter du calcul des fibres plus longues et sous-estimer la longueur moyenne. Mais de deux maux il faut choisir le moindre.

La méthode permet donc de prendre une décision qui serait, autrement, plus difficile voire impossible, et donc de garantir une qualité relativement constante des fibres à mélanger au polymère.

Comme toujours avec les fibres naturelles, l'interprétation est importante, et on peut s'écarter un peu de la théorie pure (valeur limite du chi-carré) pour décider d'accepter un lot de fibres.

L'annexe 3 donne un exemple de cette procédure.

11. Adhérence entre les fibres et la matrice

Les problèmes de dimension et d'état macroscopique de surface des fibres sont les mêmes quelle que soit la nature du polymère matrice. Par contre la difficulté du traitement pour l'amélioration de l'adhérence fibre-matrice est différente pour chaque type de matrice.

On peut essayer d'augmenter l'adhérence entre les fibres et la matrice, en gros, de deux façons différentes :

- en ajoutant un agent de liage qui adhère à la fois aux fibres et au polymère
- en réalisant sur les fibres un traitement de surface.

L'agent de liage doit être choisi en fonction du polymère et de la nature cellulosique des fibres. Pour que le composite reste un biocomposite pur, cet agent devrait aussi être un produit naturel.

Les traitements de surface appliqués aux fibres pour améliorer leur adhésion au polymère matrice doivent être :

- Disponibles industriellement, ce qui exclut les traitements réalisables uniquement en laboratoire
- D'un prix abordable, de façon à ne pas rendre les fibres traitées anti-économiques.

De nombreux essais ont été et sont encore réalisés actuellement, basés sur une transformation physique ou chimique de la surface de la fibre, avec le but :

- Soit de permettre au polymère de mieux pénétrer dans la fibre
- Soit de créer des interactions chimiques entre les molécules de la fibre et celles du polymère.

Nous ne nous étendons pas ici sur le sujet, car il s'agit d'études faites au cas par cas en fonction du type de fibres et surtout de la nature chimique du polymère.

On peut cependant citer le fait que, les fibres étant généralement recouvertes de produits naturels de liaison dans la plante (pectines), un traitement de dégomme ou de blanchiment contribue à réduire ou éliminer ces agents et donc à permettre une meilleure interaction entre la cellulose de la fibre et la matrice polymérique.

Celabor travaille dès lors avec d'autres centres de recherche plus spécialisés dans ce domaine de l'interface fibre-matrice.

12. Alimentation des fibres aux machines de production

Pour le plasticien, la disponibilité de granulés pré-mélangés de fibres et de polymère est évidemment la plus intéressante, pour ne pas dire indispensable. Il lui suffit alors d'alimenter ses machines comme s'il introduisait uniquement des granulés de plastique.

Si ces granulés ne sont pas disponibles sur le marché, il faut alors utiliser un système à deux alimentations. On se heurte alors à un problème général des fibres, c'est qu'elles ont tendance à s'agglomérer, ce qui rend problématique un écoulement dans une trémie et quasiment impossible un dosage précis et régulier des fibres.

La technique proposée, et qui commence à faire des adeptes, est alors de fabriquer d'abord des pellets avec les fibres seules sur un pelletiseur classique tel qu'utilisé dans l'industrie des pellets de chauffage ou d'alimentation pour animaux. Ces pellets peuvent dès lors facilement être alimentés, en parallèle avec les granulés de polymère, sur une machine de compoundage ou d'injection.

Celabor est s'équipé d'un pelletiseur de laboratoire sur lequel des préséries de test industriel peuvent être réalisées.

La figure suivante montre les pellets réalisés à partir du chanvre Y.



Il faut noter que les pellets doivent être assez durs pour supporter les manipulations d'emballage, de transport et d'alimentation, mais qu'ils doivent aussi se désintégrer facilement et complètement lors du mélange avec le polymère en fusion. Ils ne doivent donc être ni trop durs ni trop gros, des dimensions de l'ordre de 4-5 mm conviennent pratiquement.

13.Exemples de résultats sur éprouvettes de test

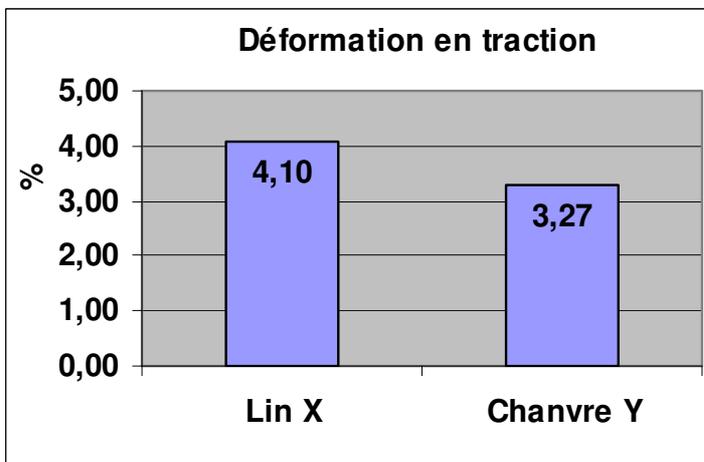
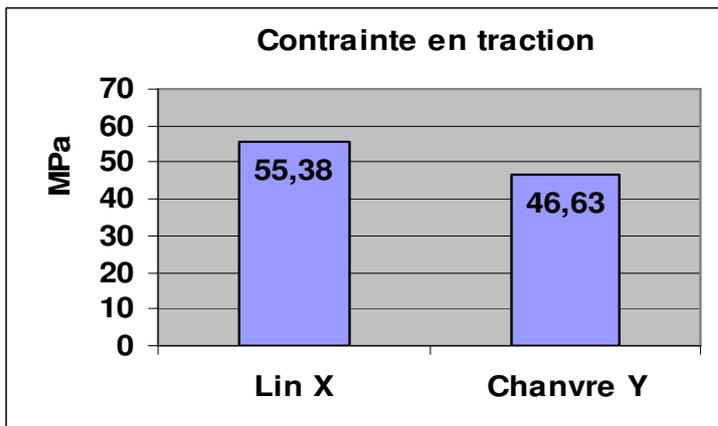
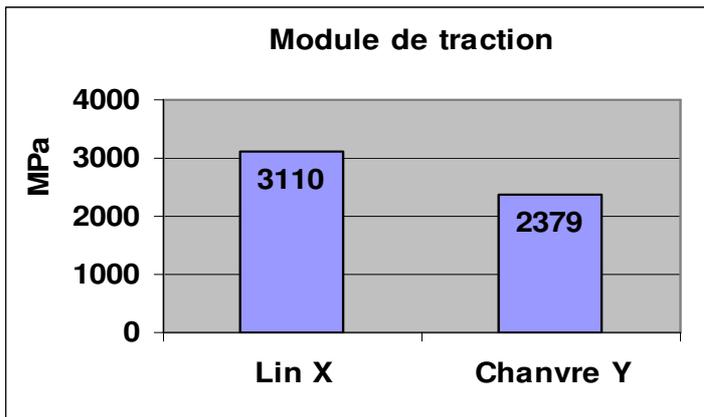
Les deux types de fibres analysés ont été d'abord transformés en pellets d'environ 4 mm de diamètre, puis alimentés à une compoanduse qui a réalisé un mélange de polyamide 11 (rilsan) et de fibres, avec une proportion en poids de fibres de 30 %.

Les granulés obtenus ont ensuite été alimentés à une machine d'injection pour réaliser des éprouvettes standards destinées à subir les tests classiques et normalisés de résistance à la traction, à la flexion et au choc.

Dans ces essais, les fibres n'ont reçu aucun traitement de surface, et aucun agent de liage n'a été ajouté, les fibres sont donc utilisées dans l'état brut.

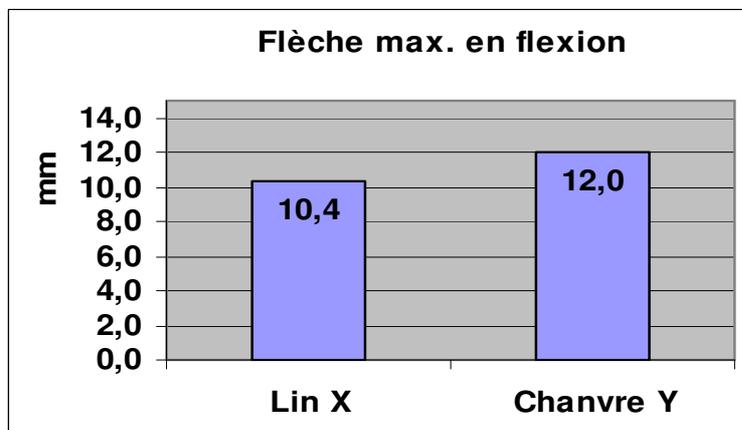
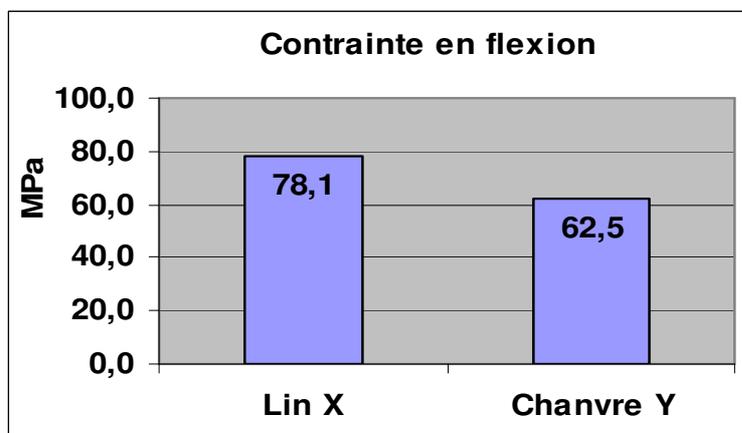
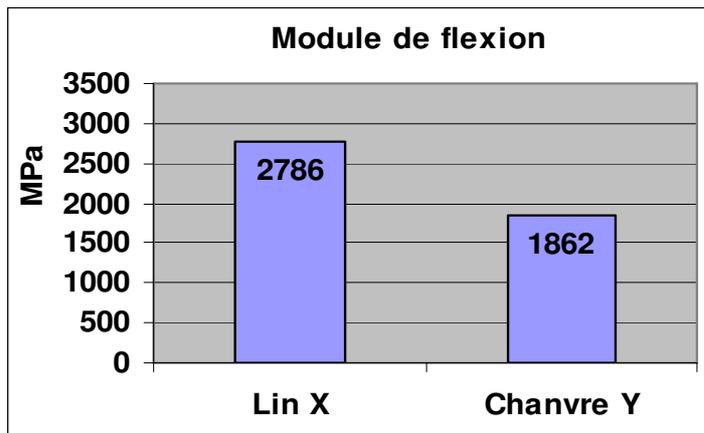
Les résultats de ces tests sont donnés ci-dessous.

Tests de traction



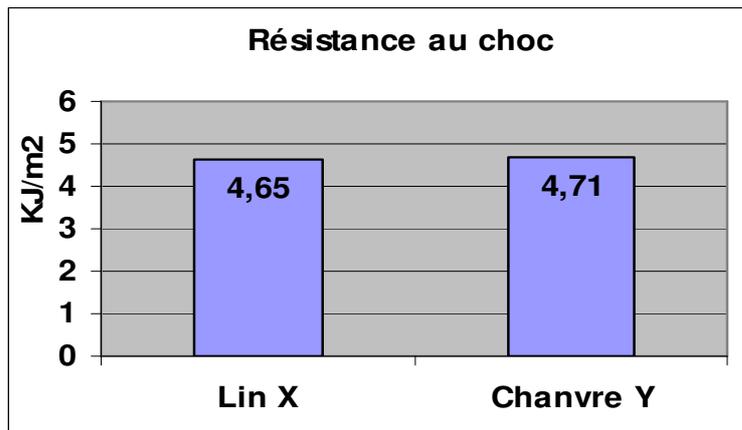
On constate que les performances des fibres de lin sont supérieures à celles du chanvre. Evidemment on pouvait s'y attendre puisque ces fibres sont de meilleure qualité, plus régulières et plus propres.

Tests de flexion



On constate à nouveau que les performances des fibres de lin sont supérieures à celles du chanvre. Seule la flèche est supérieure pour le chanvre. Ces résultats confirment donc ceux de la traction, à savoir que les fibres de lin étant de meilleure qualité renforcent mieux la composite.

Tests au choc



Ici on constate, assez étonnamment, que les performances du lin coupé et du chanvre déchet sont tout à fait comparables.

Conclusion des tests

Il se confirme donc que le fait d'utiliser des fibres de meilleure qualité, plus longues, plus régulières et plus propres, contribue mieux au renforcement du composite final. Néanmoins l'aspect prix et les performances réelles à attendre de la pièce réalisée en composite doivent être pris en considération pour déterminer le meilleur compromis.

D'autre part, la qualité des fibres de chanvre peut être améliorée, par exemple en réalisant un double tamisage qui éliminerait :

- une grande partie de la poussière et des fibres très courtes, qui ne contribuent pas vraiment au renforcement de la pièce composite
- les particules trop grosses qui peuvent créer dans la pièce des points faibles ou des amorces de rupture.

Des essais sont actuellement réalisés dans ce sens.

Evidemment il faut garder à l'esprit que le tamisage est une opération supplémentaire dont le coût non négligeable viendra s'ajouter au prix des fibres brutes.

14. Conclusions

Les fibres naturelles ne sont pas aussi « dociles » que les fibres fabriquées par l'homme, qui pour celles-ci peut maîtriser les principales caractéristiques lors de la fabrication.

Il n'en reste pas moins que les fibres naturelles constituent de plus en plus une alternative écologique voire économique aux fibres de verre et de carbone dont la fabrication est si consommatrice d'énergie.

Le tout est de donner confiance aux industriels, ce qui ne pourra arriver que par une meilleure connaissance de leurs propriétés et donc de leur influence sur le produit final.

Les fibres dites longues étant plus facile à maîtriser et donc plus avancées dans leur utilisation dans les composites, Celabor a choisi d'investiguer le domaine des fibres courtes, avec pour but d'assister les industriels dans l'adoption de ce type de renfort dans les domaines de l'injection et de l'extrusion.

Les progrès sont constants, même si le travail de perfectionnement de la connaissance trouvera encore des améliorations dans le futur.

Dans l'entretemps, on peut déjà fixer certaines règles à respecter pour le choix et le contrôle des fibres naturelles courtes.

15. Règles pour le choix et le contrôle des fibres

15.1 Règles pour la mesure

- 1.1 Afin de **garantir une comparabilité des résultats**, les mesures doivent être faites avec une résolution d'environ 3 à 5 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ sur l'appareil un appareil d'analyse d'images (par exemple le 500Nano de Occhio).
- 1.2 Afin d'**utiliser des éprouvettes d'essai suffisamment représentatives du lot**, chaque mesure doit comporter au moins 10000 fibres/particules.
- 1.3 Afin de tenir compte de la variabilité de matières naturelles, le nombre de mesures répétitives est en standard de 5 (on peut monter à 10 pour les matières les plus difficiles).
- 1.4 Afin de **garantir une bonne alimentation et un dosage correct** au compoundage, les fibres subiront éventuellement une pelletisation ultérieure, sachant que cette opération modifiera les valeurs mesurées.

15.2 Règles pour l'interprétation

- 1.5 Afin de **réduire au maximum l'influence des amas dus à la dispersion**, un filtre est appliqué qui élimine les particules dont le rapport des périmètres « enveloppe / particule » (convexity) est inférieur à x_1 .
- 1.6 Afin de **limiter les « fines » et la poussière**, la quantité en volume de fibres dont la longueur géodésique (geodesic length) est inférieure à $x_2 \mu\text{m}$ ne doit pas dépasser $x_3 \%$.
- 1.7 Afin de **garantir une qualité suffisante des fibres efficaces au niveau du renfort**, la longueur géodésique moyenne doit être, après exclusion des fibres inférieures à 200 μm , comprise entre x_4 et $x_5 \mu\text{m}$.
- 1.8 Afin de **limiter les grosses particules non fibreuses**, la quantité en volume de fibres dont la largeur géodésique (thickness) est supérieure à $x_6 \mu\text{m}$ ne doit pas dépasser $x_7 \%$.
- 1.9 Afin de **garantir une bonne répétabilité / homogénéité du lot**, le CV (%) des longueurs géodésiques moyennes des 5 mesures ne doit pas dépasser $x_8 \%$.

15.3 Règles pour la détermination de la reproductibilité

- 1.10 Afin d'**obtenir une vue suffisamment complète et détaillée de la distribution**, le range des longueurs géodésiques en volume des 5 éprouvettes regroupées (merge) doit être divisé en x_9 classes de largeur égale, couvrant l'intervalle de 0 à une limite à déterminer au cas par cas en fonction du type de fibres et de l'utilisation.
- 1.11 Afin d'**obtenir un paramètre représentatif de l'écart de longueur** entre les deux distributions à comparer, un chi-carré doit être calculé sur les $2 \cdot x_9$ valeurs de longueur géodésique; il ne doit pas dépasser la valeur de x_{10} .
- 1.12 Afin d'**obtenir un paramètre représentatif de l'écart de largeur** entre les deux distributions à comparer, la différence relative entre les largeurs géodésiques moyennes en nombre x_E des deux lots est calculée suivant $(x_{E\text{max}} - x_{E\text{min}})/x_{E\text{min}}$; elle ne doit pas dépasser la valeur de $x_{11} \%$.

16. Certificats

Celabor peut délivrer, sur demande, deux types de certificats relatifs aux mesures des fibres courtes :

Certificat de Qualité

Il s'agit d'une attestation du type de mesure que les fibres ont reçue et des résultats obtenus. Il permet de discuter en connaissance de cause de la qualité des fibres proposées.

Certificat de Conformité

Il s'agit d'une attestation stipulant que les fibres à réceptionner ont été comparées à une qualité acceptée prise comme référence, et montrant quelles sont les différences entre les deux qualités. Le certificat permet donc de prendre une décision sur l'acceptation de la nouvelle qualité proposée en comparaison avec la qualité considérée comme étalon.

Les deux certificats sont présentés dans l'annexe 2.

17. Références

- (1). Le Chanvre Industriel, Production et Utilisations, Ouvrage coordonné par Pierre Bouloc, 2006, Editions France Agricole.
- (2). ISO 9276 – Representation of results of particle size analysis - Part 6 : Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology.
- (3). Projet de recherche en cours, financé par la Région Wallonne dans le cadre du programme FIRST-Haute Ecole, en collaboration avec le CRISIA asbl, Occhio SA, Spanolux SA, Burgo Ardennes SA et Celabor srl - Pierre Martin.
- (4). Natural Fibers, Biopolymers and Biocomposites, Edited by Amar K. Mohanty, Manjusri Misra, Lawrence T. Drzal, 2005, Taylor and Francis group.
- (5). Industrial Applications of Natural Fibres, Structure, Properties and Technical Applications, Edited by Jörg Müssig, 2010, John Wiley & Sons.
- (6). Flax and Hemp Fibres: A Natural Solution for The Composite Industry, Prepared for JEC Composites by CELC, 2012 JEC.
- (7). Solutions Composites Thermodurcissables et Thermoplastiques, Maurice Reyne, 2006, JEC.

18. Annexe 1 : Interprétation de la longueur

18.1 Résultats obtenus

Les valeurs de longueur données dans l'étude sur les fibres courtes peuvent sembler étonnantes, car, par exemple, pour des fibres coupées à 4 mm, on trouve des résultats nettement inférieurs.

Pour rappel, on trouve les valeurs suivantes :

Longueur géodésique moyenne, par nombre, de toutes les fibres : 73.9 μm
Longueur géodésique moyenne, par nombre, des fibres > 200 μm : 1087 μm
Longueur géodésique moyenne, par volume, de toutes les fibres : 7506 μm

On constate donc que :

- par nombre, la longueur moyenne de toutes les fibres est très inférieure à la valeur attendue, mais on sait que cette valeur est fortement influencée par les fibres très courtes qui sont très nombreuses (comprenant notamment les poussières de l'air)

- en éliminant les fibres très courtes $< 200 \mu\text{m}$, la valeur moyenne remonte fortement (passe de 73.9 à 1087), mais reste néanmoins largement inférieure à la valeur attendue
- par volume par contre, la valeur moyenne de toutes les fibres est nettement supérieure à la valeur attendue, mais on sait que cette valeur est fortement influencée par les fibres les plus longues qui sont aussi les plus grosses (et comprennent notamment les "amas" de fibres créés par la projection).

18.2 Explication partielle par le procédé de coupage

Lorsqu'on coupe un ruban de fibres naturelles (donc discontinues), par exemple à 4mm de longueur, on est toujours confronté aux phénomènes suivants :

- le ruban provenant d'actions mécanique antérieures comporte déjà des fibres plus courtes et de la poussière
- les fibres n'étant pas parfaitement parallèles, la longueur de coupe ne peut pas être parfaitement régulière
- chaque fois que l'on coupe une fibre, il y a un morceau de "tête" et un morceau de queue" qui sont forcément plus courts que la longueur désirée
- l'action mécanique brutale du couteau génère de la poussière et arrache des morceaux de fibres.

Toutes ces causes contribuent à ce que toutes les fibres ne sauraient avoir la longueur voulue par le réglage de la coupeuse.

18.3 Examen de la répartition par classes

Pour mieux comprendre, on répartit les fibres dans des classes de longueur de $500 \mu\text{m}$, en nombre et en volume.

Les chiffres sont exprimés en %, car chaque éprouvette comporte un nombre de fibres différent.

A noter que les chiffres suivants ne concernent que le premier des 5 essais réalisés pour obtenir les valeurs moyennes ci-dessus, mais cela ne gêne pas pour l'interprétation du phénomène.

	Par nombre	Par volume
	%	%
0-500	97,73	4,66
500-1000	1,18	3,89
1000-1500	0,29	1,32
1500-2000	0,14	1,13
2000-2500	0,05	0,55
2500-3000	0,04	0,98
3000-3500	0,06	6,11
3500-4000	0,22	12,8
4000-4500	0,06	4,12
4500-5000	0,03	1,55
5000-5500	0,03	2,16
5500-6000	0,01	3,37
6000-6500	0,01	9,48
6500-7000	0,04	7,04
7000-7500	0,05	5,5
7500-8000	0	0
8000-8500	0	0
8500-9000	0,01	1,57
9000-9500	0,01	5,18
9500-10000	0,05	28,56
	100,01	99,97

Pour ce seul essai, on trouve les valeurs moyennes suivantes :

Longueur géodésique moyenne, par nombre, de toutes les fibres : 80.3 μm

Longueur géodésique moyenne, par volume, de toutes les fibres : 7492 μm ,

Valeurs très proches des valeurs moyennes des 5 essais de répétabilité.

A l'examen du tableau, on constate que :

- par nombre, la très grande majorité des fibres se situent dans la première classe, celle des fibres très courtes, et très peu de fibres se trouvent dans les classes les plus grandes
- par volume, la répartition est beaucoup plus étalée, la classe la plus peuplée, exception faite de la dernière, est celle de 3500-4000 μm
- la dernière classe est la plus importante (28.56 %), mais on sait que cette classe comporte certainement des "amas" de fibres qui faussent la mesure.

18.4 Elimination des amas

Pour obtenir une vue plus objective, il faut éliminer les amas.

On sait que l'on peut le faire en utilisant le paramètre "convexité", rapport entre le périmètre de l'enveloppe et le périmètre réel de la particule.

Nous utiliserons la valeur de 0.7, en éliminant les particules dont la convexité est inférieure à cette valeur.

On sait que, ce faisant :

- on n'est pas certain d'éliminer tous les amas
- on élimine également des fibres fortement courbées.

La valeur de 0.7 est donc un compromis.

Après ce filtrage, le tableau devient le suivant :

	Par nombre	Par volume
	%	%
0-500	98,35	12,18
500-1000	0,93	9,26
1000-1500	0,24	3,26
1500-2000	0,07	1,57
2000-2500	0,04	1,24
2500-3000	0,04	2,75
3000-3500	0,03	6,53
3500-4000	0,18	32,58
4000-4500	0,04	9,9
4500-5000	0,02	3,22
5000-5500	0,02	3,89
5500-6000	0	0
6000-6500	0	0
6500-7000	0,01	1,86
7000-7500	0	0
7500-8000	0	0
8000-8500	0	0
8500-9000	0	0
9000-9500	0	0
9500-10000	0,02	11,78
	99,99	100,02

Pour ce seul essai, on trouve maintenant les valeurs moyennes suivantes :
 Longueur géodésique moyenne, par nombre, de toutes les fibres : 58.8 μm
 Longueur géodésique moyenne, par volume, de toutes les fibres : 3808 μm .

On remarque immédiatement que, si la valeur en nombre est toujours très basse par rapport à la valeur attendue, la valeur en volume s'en est fortement rapprochée.

A l'examen du tableau, on constate que :

- par nombre, la très grande majorité des fibres se situent toujours dans la première classe, celle des fibres très courtes, et encore moins de fibres se trouvent dans les classes les plus grandes
- par volume, la répartition est à nouveau plus étalée, la classe la plus peuplée étant cette fois nettement celle de 3500-4000 μm
- la dernière classe comporte encore des éléments mais nettement moins.

En examinant les nombres de fibres dans les classes (tableau non fourni ici), on remarque que :

- sur 10073 fibres analysées, 9844 sont dans la classe 0-500 μm
- 37 fibres sont dans les classes allant de 3000 à 5000 μm , soit seulement 0.4 % des fibres
- ces 37 fibres représentent néanmoins 52 % du volume total des fibres.

Pour ces 37 fibres, la longueur de coupe de 4mm est donc bien retrouvée (à la précision d'une coupeuse près).

Les fibres coupées à la longueur voulue représentent donc à peu près la moitié du volume des fibres.

Remarques

On sait qu'un des inconvénients de l'analyse par image est que toute fibre qui touche un bord de l'image est éliminée, et que plus une fibre est longue, plus sa probabilité de toucher un bord et donc d'être éliminée est grande.

Comme expliqué par ailleurs, l'analyse par image a dès lors une tendance à sous-estimer la longueur.

18.5 Conclusion

L'analyseur de fibres voit toutes les particules présentes sous la caméra, y compris celles que l'œil humain ne peut discerner (notamment les poussières apportées par l'air ambiant). De plus l'œil humain est inévitablement attiré par les fibres les plus longues et/ou les plus grosses.

Dans la mesure de fibres, l'interprétation des résultats, assistée par la technique du filtrage, est primordiale si on ne veut pas tirer des conclusions erronées.

Il faut en tout cas toujours bien préciser les paramètres et les traitements utilisés pour "sortir" une valeur de longueur (ou de largeur).

19. Annexe 2 : Certificats



Certificat de Qualité

Fibres naturelles courtes pour composites

Celabor certifie que la qualité de fibres naturelles stipulée a été analysée dans les conditions spécifiées ci-dessous et que les résultats suivants ont été obtenus.

Matière	
Numéro de mission	

Appareillage	Analyseur de particules Occhio 500Nano		
Réglages	Programme	2012	
	Résolution	4 ± 0,4	µm/pixel
Nombre de mesures	5		
Nombre moyen de fibres analysées	10000		

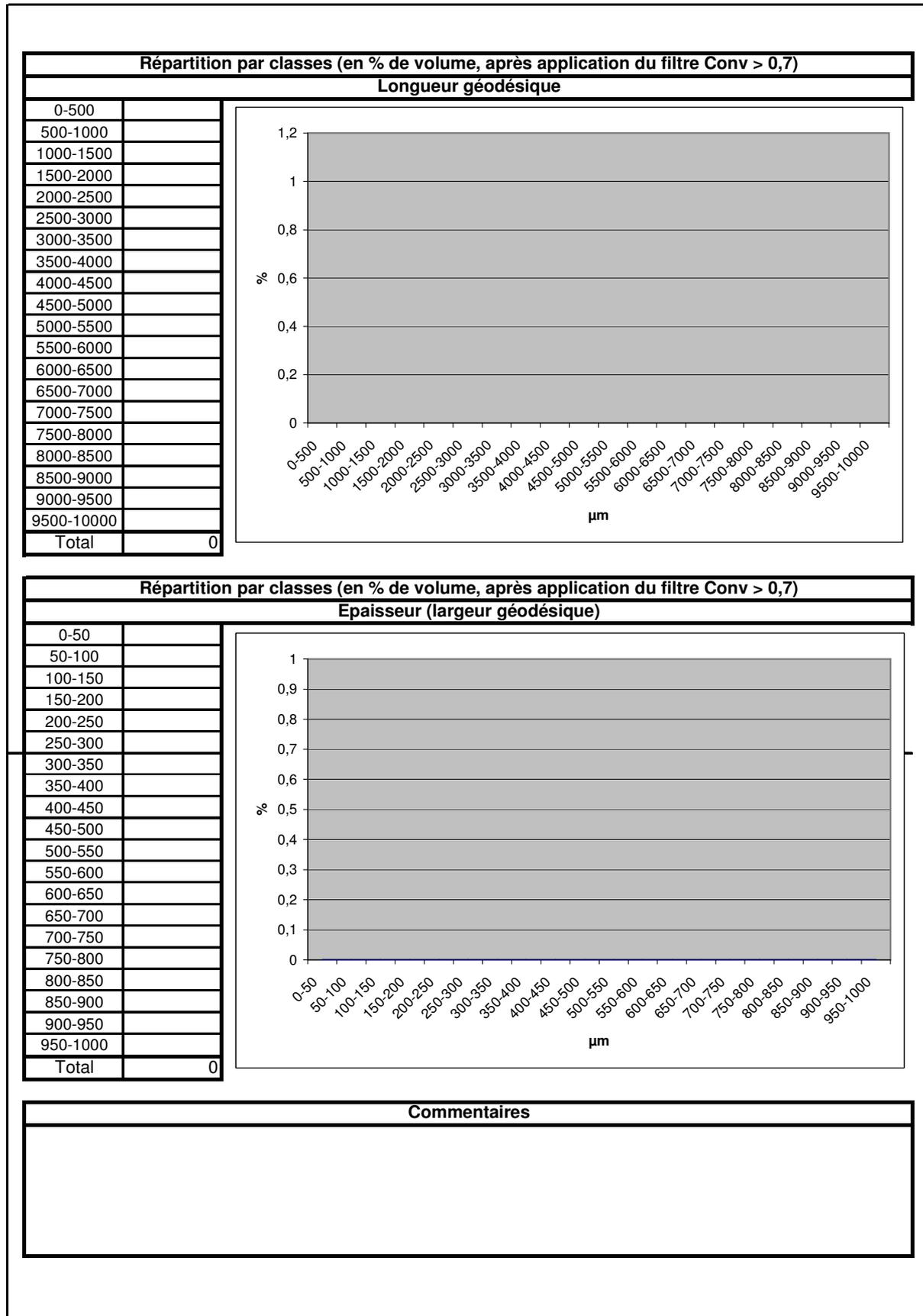
Paramètre	Symbole Formule	Filtre	Pondération	Unité	Valeur	CV (%)
Longueur géodésique	x_{LG}	Aucun	Nombre	µm		
		$x_{LG} > 200$	Nombre	µm		
		$Ecc < 0,33$	Nombre	µm		
		Aucun	Volume	µm		
Epaisseur (largeur géodésique)	x_E	Aucun	Nombre	µm		
		$x_{LG} > 200$	Nombre	µm		
Eccentricité (élongation)	x_E / x_{LG}	Aucun	Nombre	1		
		$x_{LG} > 200$	Nombre	1		
Poussières (fines)	$x_{LG} < 200 \mu m$	-	Volume	%		
Grosses fibres	$x_E > 100 \mu m$	-	Volume	%		

Explication des filtres

$x_{LG} > 200$	Elimine du calcul les fibres de longueur géodésique inférieure à 200 µm. La valeur 200 µm provient du domaine papetier qui considère comme "fines" les fibres < 0,2 mm dont la proportion ne doit pas être trop importante pour conserver la résistance.
$Ecc < 0,33$	Elimine du calcul les fibres d'eccentricité (rapport épaisseur/longueur) supérieur à 0,33. La norme française XP T 25-501-1 demande de ne prendre en compte que les fibres dont la longueur est supérieure ou égale à 3 fois le diamètre apparent.
$Conv > 0,7$	Elimine du calcul les fibres de rapport périmètre enveloppe/périmètre réel inférieur à 0,7. Des études théorique élémentaire et pratique ont conclu que les particules dont le rapport des deux périmètres était inférieur à 0,7 avaient de grandes chances d'être des amas, ensembles de fibres superposées générées par la dispersion.

Explication du CV (%)

CV (%)	Le coefficient de variation CV exprime en % le rapport entre l'écart-type et la moyenne des valeurs moyennes des 5 mesures répétitives. Il exprime une certaine répétabilité des mesures effectuées sur les 5 éprouvettes, et donc la représentativité de celles-ci. Pour des matières naturelles, on considère généralement qu'une valeur inférieure à 40 % est acceptable.
--------	--





Certificat de Conformité

Fibres naturelles courtes pour composites

Celabor certifie que les qualités de fibres naturelles stipulées ont été comparées dans les conditions spécifiées ci-dessous et que les résultats suivants ont été obtenus.

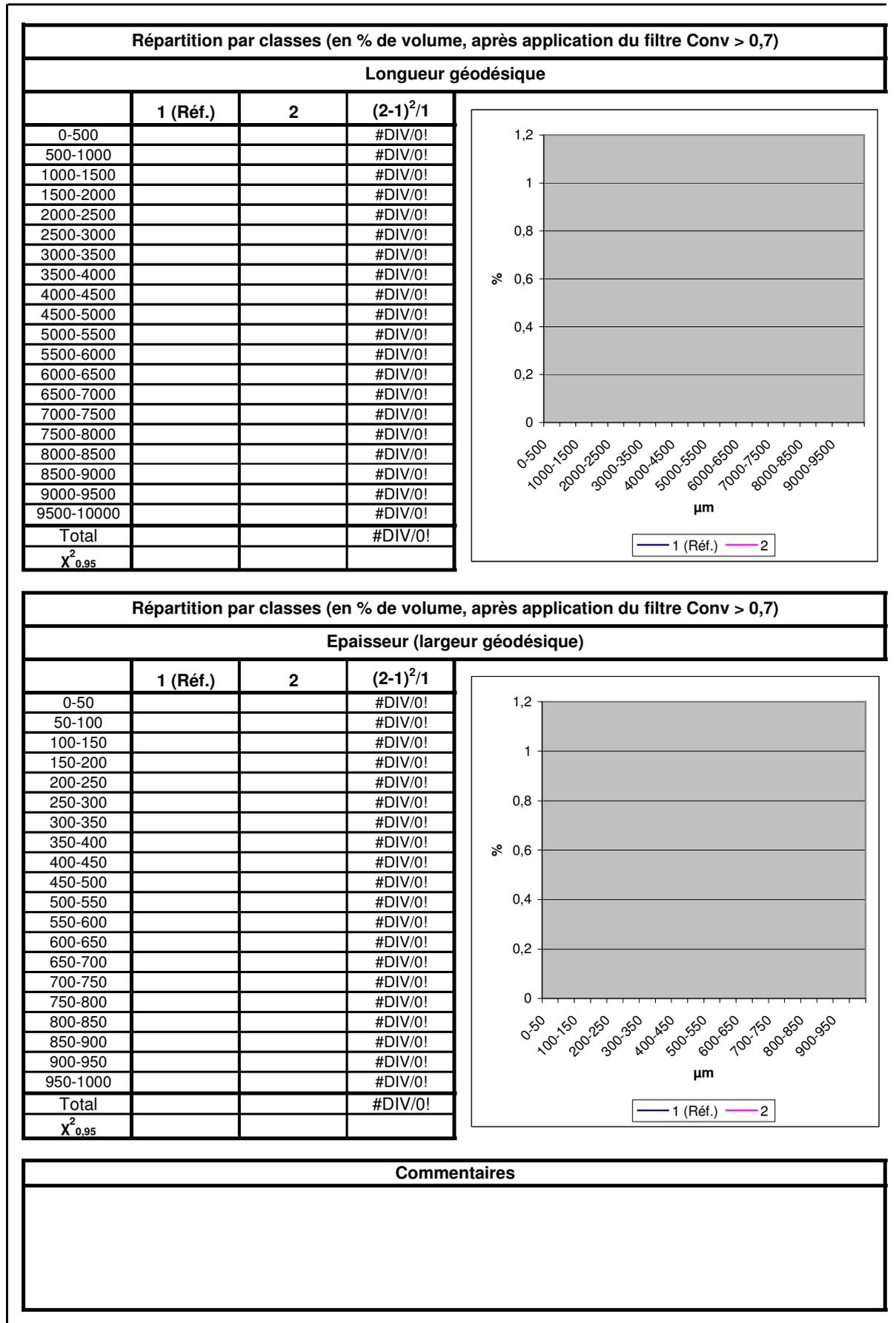
Matières	1	
	2	
Numéro de mission		

Appareillage	Analyseur de particules Occhio 500Nano		
Réglages	Programme	2012	
	Résolution	4 ± 0,4	µm/pixel
Nombre de mesures	5		
Nombre moyen de fibres analysées	10000		

Paramètre	Symbole Formule	Filtre	Pondération	Unité	Valeur	
					1	2
Longueur géodésique	x_{LG}	Aucun	Nombre	µm		
		$x_{LG} > 200$	Nombre	µm		
		Ecc < 0,33	Nombre	µm		
		Aucun	Volume	µm		
Epaisseur (largeur géodésique)	x_E	Aucun	Nombre	µm		
		$x_{LG} > 200$	Nombre	µm		
Eccentricité (élongation)	x_E / x_{LG}	Aucun	Nombre	1		
		$x_{LG} > 200$	Nombre	1		
Poussières (fines)	$x_{LG} < 200 \mu m$	-	Volume	%		
Grosses fibres	$x_E > 100 \mu m$	-	Volume	%		

Commentaires

Explication des filtres	
$x_{LG} > 200$	Elimine du calcul les fibres de longueur géodésique inférieure à 200 µm. La valeur 200 µm provient du domaine papetier qui considère comme "fines" les fibres < 0,2 mm dont la proportion ne doit pas être trop importante pour conserver la résistance.
Ecc < 0,33	Elimine du calcul les fibres d'eccentricité (rapport épaisseur/longueur) supérieur à 0,33. La norme française XP T 25-501-1 demande de ne prendre en compte que les fibres dont la longueur est supérieure ou égale à 3 fois le diamètre apparent.
Conv > 0,7	Elimine du calcul les fibres de rapport périmètre envelope/périmètre réel inférieur à 0,7. Des études théorique élémentaire et pratique int conclu que les particules dont le rapport des deux périmètres était inférieur à 0,7 avaient de grandes chances d'être des amas, ensembles de fibres superposées générées par la dispersion.



20. Annexe 3 : Exemple de calcul de reproductibilité

Si l'on compare, au niveau de la longueur géodésique, le lin X et le chanvre Y considérés dans cet article, on trouve le tableau suivant (après regroupement des classes donnant une division par zéro) :

	X (Réf.)	Y	$(2-1)^2/1$
0-500	13,41	33,02	28,69
500-1000	6,96	18,89	20,46
1000-1500	4,70	13,65	17,07
1500-2000	3,22	7,68	6,20
2000-2500	1,85	6,92	13,87
2500-3000	1,77	0,93	0,40
3000-3500	6,43	14,13	9,21
3500-4000	22,79	3,07	17,06
4000-4500	16,38	0,17	16,04
4500-5000	5,19	0,12	4,95
5000-5500	10,47	0,75	9,02
5500-6000	0,30	0,00	0,30
6000-6500	1,24	0,00	1,24
6500-7000	1,73	0,00	1,73
7000-8000	1,21	0,65	0,26
8000-10000	2,36	0,00	2,36
Total	100,00	99,99	148,84
$\chi^2_{0,95}$			25,00

On voit que la valeur de 148,84 est très nettement supérieure à la valeur théorique 25,00 du chi-carré pour 15 degrés de liberté, donc il est évident que les deux qualités ne sont pas du tout identiques.

Dans un autre cas (non examiné dans cet article), on a voulu déterminer si un traitement réalisé sur des fibres pour tenter d'améliorer l'adhérence entre les fibres et le polymère affectait les dimensions de ces fibres.

Après avoir mesuré la longueur géodésique des fibres avant et après le traitement, on a comparé les résultats et obtenu le tableau suivant :

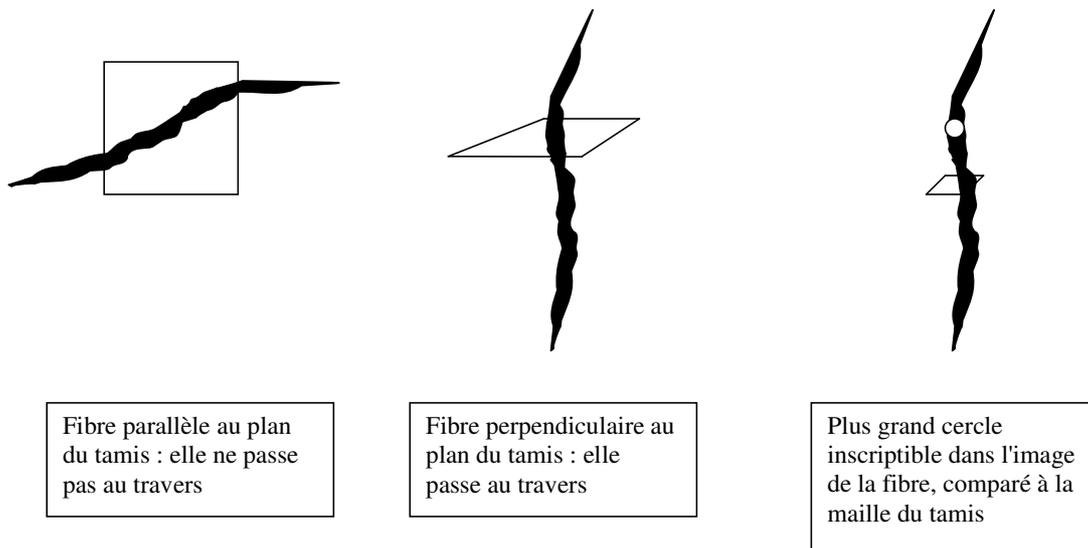
	Non traité	Traité	$(2-1)^2/1$
0-500	4,03	2,20	0,83
500-1000	3,68	2,57	0,33
1000-1500	8,30	7,67	0,05
1500-2000	45,14	43,76	0,04
2000-2500	17,58	19,15	0,14
2500-3000	9,21	10,50	0,18
3000-3500	6,41	7,85	0,32
3500-4000	2,03	1,85	0,02
4000-4500	0,46	1,46	2,15
4500-5000	0,55	0,20	0,22
5000-6000	2,62	2,80	0,01
Total	100,00	100,01	4,30
$\chi^2_{0,95}$			18,30

La valeur calculée de 4,30 étant inférieure à la valeur théorique de 18,30 pour 10 degrés de liberté, on voit clairement que le traitement n'a pas modifié significativement la longueur de fibres.

21. Annexe 4 : Le tamisage

Le tamisage, méthode traditionnelle de classification des particules, peut donner des résultats différents du mesurage par analyse d'image.

En effet, si la dimension du côté de la maille est l , et que la fibre est plus longue que l , elle va passer ou non à travers la maille suivant son orientation. Si elle est couchée sur la maille, elle ne pourra la traverser si elle a une longueur supérieure à racine de 2 fois la dimension de la maille (c'est-à-dire si elle s'est alignée suivant la diagonale du carré de la maille). Mais si elle est perpendiculaire au plan de la maille, et que sa section transversale est inférieure à celle de la maille, elle pourra passer au travers, et cela quelle que soit sa longueur. Comme le tamisage s'effectue en général avec un effet de vibration, la fibre change constamment de position et peut donc prendre n'importe quelle orientation par rapport au plan de la maille.



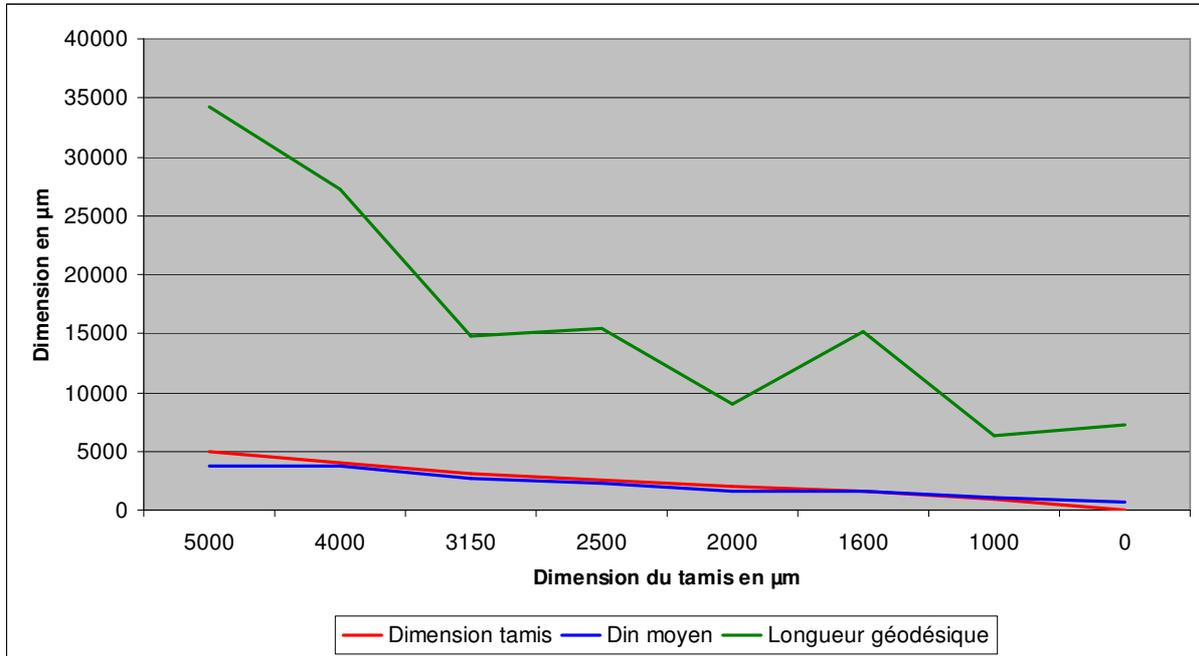
La distribution de longueur ne peut donc être comparée à la distribution de tamisage. Cette dernière doit être comparée à une distribution de section, puisqu'on vient de voir que la fibre ne pourra passer à travers la maille que si sa section maximale est inférieure à celle du tamis, ou plutôt si la section de la fibre peut être inscrite dans le carré de la maille. Comme l'image de la fibre est à deux dimensions et ne laisse pas deviner sa section transversale, le logiciel Callisto permet d'en obtenir une bonne idée avec ce qui est appelé le diamètre interne maximum - le diamètre du plus grand cercle inscriptible dans l'image de la fibre. Ce paramètre représente mieux la section maximum de la fibre que la largeur géodésique (ou épaisseur) qui représente plutôt la section moyenne de la fibre. On comparera donc la distribution de tamisage à la distribution de D_{in} , diamètre interne maximum.

D'un autre côté, dans la technique du tamisage, on prélève ce qui est resté dans chaque tamis et on le pèse. Cette répartition en poids ne pourra donc pas être comparée à une distribution en nombre du logiciel, mais devra être comparée à la distribution en volume, en supposant la densité de la matière fibreuse constante.

Pour illustrer cette technique, on a tamisé une matière (chènevotte) en utilisant 7 tamis, ce qui, avec le fond, donne 8 valeurs de poids, que l'on exprime en % du poids total.

La matière recueillie dans chaque tamis a été analysée sur l'appareil Zéphyr, et la valeur moyenne en volume des paramètres "diamètre interne maximum Din" et "longueur géodésique" a été calculée, en choisissant des limites de classes correspondant aux dimensions des différentes mailles utilisées lors du tamisage.

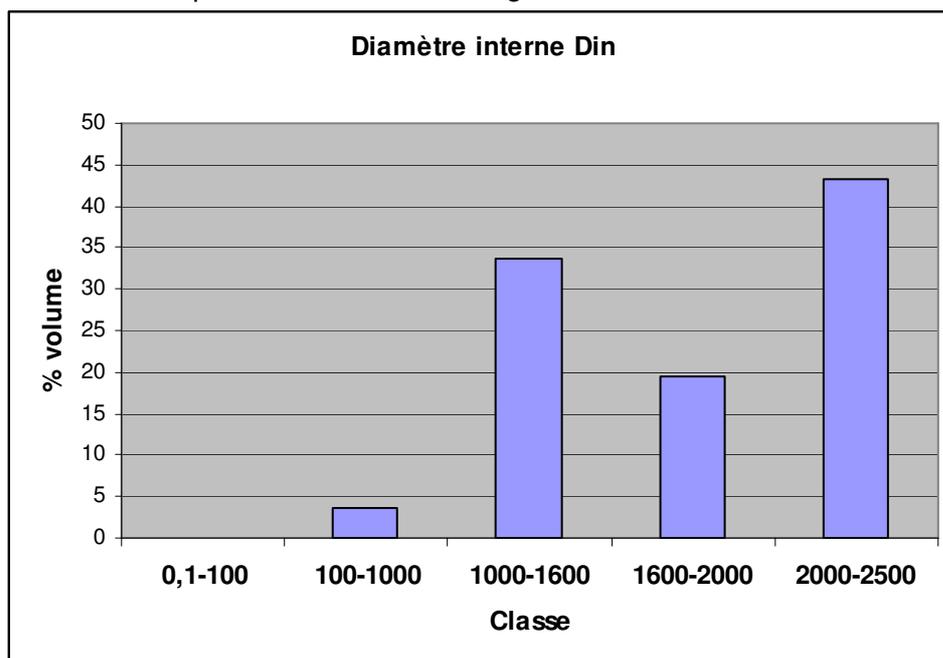
On a obtenu la figure suivante :



On remarque immédiatement que la correspondance entre les courbes des dimensions de tamis et du diamètre interne des particules est assez bonne alors que la courbe de la longueur est très différente, ce qui confirme les commentaires ci-dessus.

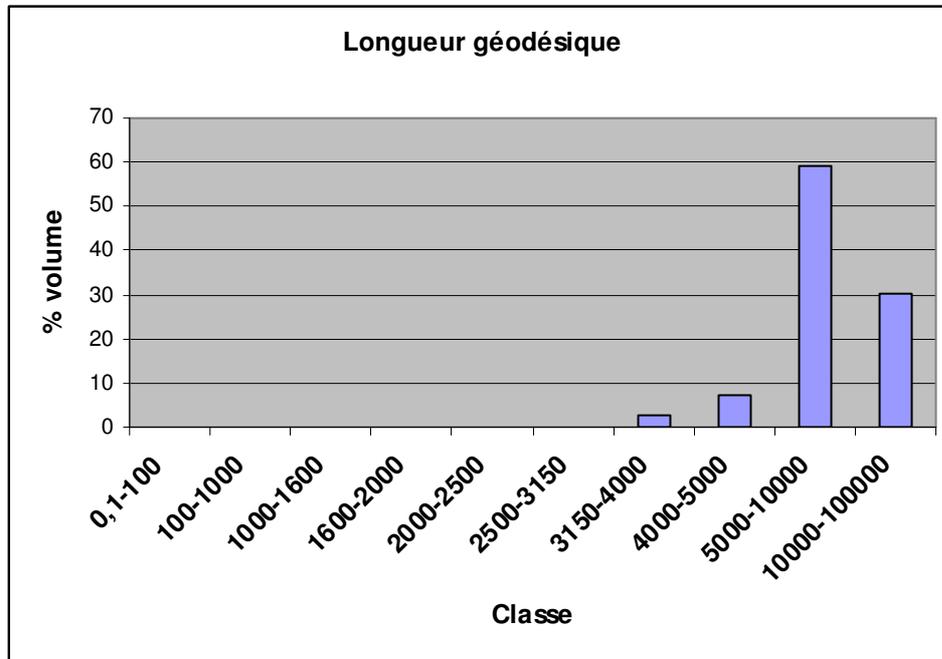
Un autre désavantage du tamisage est qu'on retrouve dans un tamis des particules qui auraient dû passer dans les tamis suivants.

Comme exemple, on a analysé sur l'analyseur de particules ce qui avait été récolté dans le tamis de 2000 µm, et on obtient les diagrammes suivants :



On voit qu'il y a dans le tamis de 2000 μm une grande partie de particules dont la largeur est située entre l'ouverture du tamis précédent (2500 μm) et celui-ci, mais également de nombreuses particules qui ne sont pas passées dans les tamis plus petits.

Si on regarde maintenant la longueur géodésique de ces particules, on obtient le diagramme suivant :



Ce diagramme montre à nouveau que les longueurs sont très nettement différentes des mailles du tamis, généralement plus longues, et que cette caractéristique n'est donc pas en relation avec le tamisage.

On constate donc que, si ce que l'on désire connaître est la répartition des longueurs des fibres, la distribution de longueur fournie par le système Callisto est nettement plus réaliste que la distribution obtenue par un tamisage (malgré les défauts de l'analyse d'image cités plus haut).

Néanmoins, si l'on veut éliminer d'un lot de fibres celles qui sont trop grosses ou trop petites pour l'usage visé, le tamisage reste une des seules solutions industrielles possibles, mais il faut alors être conscient de l'imperfection de la technique dans le cas de fibres: on peut trouver, dans un tamis, des fibres aussi bien plus longues que plus courtes que la dimension attendue en fonction de la maille du tamis.

Une caractérisation d'une matière tamisée avec un analyseur de particules permet de connaître plus exactement la distribution, en longueur et/ou en largeur, de ces fibres.