

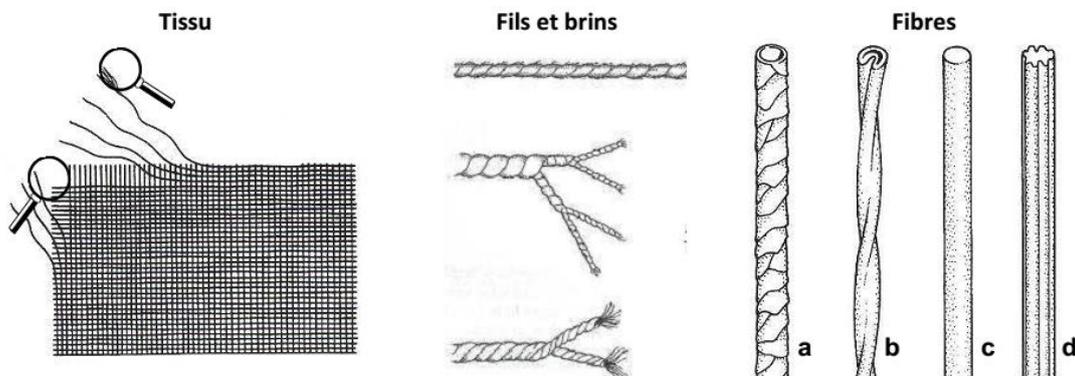
## TP 09 : Les fibres textiles

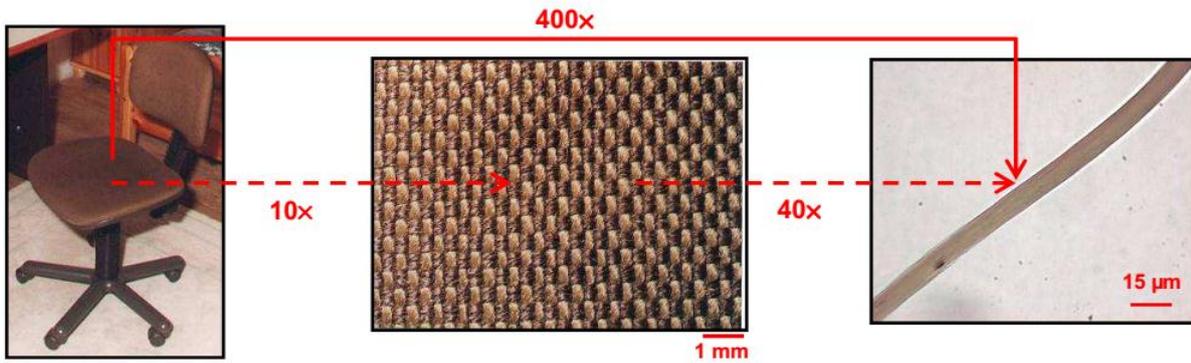
Les fibres textiles sont omniprésentes dans notre société à travers les vêtements que nous portons et les textiles d'ameublement qui nous entourent. Elles constituent dès lors un excellent moyen de mettre en avant des contacts entre des personnes ou entre des personnes et des objets. Toutefois, bien que les contacts engendrent généralement l'échange de plusieurs dizaines à plusieurs centaines de fibres, ces fibres constituent des entités microscopiques dont chacune doit être caractérisée individuellement. L'analyse des fibres en criminalistique est donc à la recherche de techniques rapides, non destructives et les plus discriminantes possibles, afin d'analyser à l'échelle du micron ces grandes populations d'échantillons dans un laps de temps raisonnable.

### 1. LES FIBRES TEXTILES

Les fibres textiles sont des substances naturelles ou fabriquées, de taille microscopique, généralement invisibles à l'œil nu, et qui constituent la structure de base d'une matière textile. Elles appartiennent à deux origines distinctes : les fibres naturelles et les fibres synthétiques. Les fibres naturelles regroupent les fibres animales (protéines), végétales (cellulose) et minérales. Par opposition, les fibres artificielles sont reconstituées à partir de cellulose (viscose, acétate), de protéines (soja) ou manufacturées (essentiellement à partir de polymères, mais aussi de carbone, de verre ou de métal).

Les matières textiles sont des étoffes qui présentent, au niveau macroscopique, différentes structures selon leur mode de fabrication (tissage, tricotage, ...). Un tissu, par exemple, est généré par un entrecroisement de fils dans deux directions perpendiculaires tel qu'illustré à la figure 1. Ces fils présentent une structure élaborée par torsion de plusieurs brins. Enfin, ces brins sont à leur tour constitués d'une multitude de fibres textiles alignées et torsadées entre elles. En résumé, les matières textiles sont un assemblage de différentes sous-unités dont l'unité de base est la fibre textile. Un grossissement de 10× est nécessaire pour observer la structure d'un tissu et l'observation des fibres textiles nécessite un grossissement total de 400×(Figure 1).



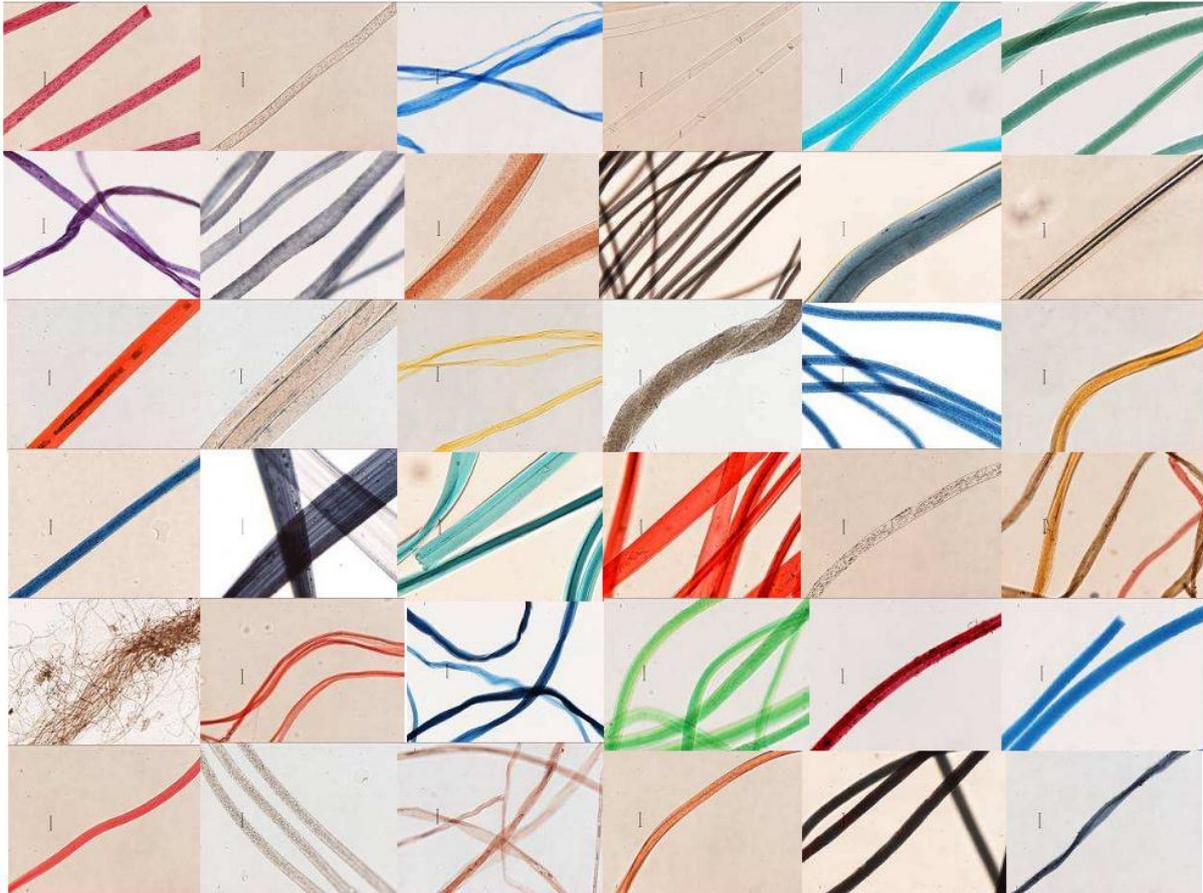


**Figure 1 : du tissu macroscopique à la fibre microscopique**

Les fibres sont donc à l'origine des différentes matières textiles qui font notre quotidien : majoritairement les vêtements que nous portons, mais encore la literie, les tapis, les tentures, les couvertures, le linge de maison, les revêtements de sièges et d'habitacles de voitures, etc. Les fibres textiles sont par conséquent omniprésentes dans notre environnement. D'autant plus que l'on peut également les retrouver à l'état de traces dans l'air ambiant, sur tous les objets dans notre entourage mais aussi dans la poussière de nos habitations.

### **1.1 Polymorphisme des fibres textiles**

Une caractéristique importante des fibres textiles est leur très grand polymorphisme, à savoir qu'elles peuvent présenter une très grande variabilité de couleur, de morphologie et de composition tel qu'illustré à la figure 2.



### **a) Couleur**

La notion de coloration d'une fibre textile est hautement tributaire de la perception des couleurs de son observateur. Dès lors, il est préférable lui attribuer une couleur intuitive, sans se préoccuper dans un premier temps des nuances que l'œil croit discerner.

En effet, une fibre définie comme rouge par notre œil peut revêtir un très grand nombre de nuances différentes soit par l'utilisation de colorants différents, soit par l'utilisation de différents mélanges de colorants. De plus, un même mélange de colorants peut également conduire à une teinte différente en fonction des proportions de chaque colorant.

Pour ces différentes raisons, l'étude rigoureuse de la coloration d'une fibre textile fera intervenir des techniques photométriques conduisant aux coordonnées colorimétriques de la teinte observée et des techniques spectroscopiques moléculaires en vue d'identifier le(s) colorant(s) responsable(s) de cette coloration.

### **b) Morphologie**

La morphologie des fibres textiles peut aussi être qualifiée de variée. En effet, leur origine naturelle ou leur mode de fabrication vont largement influencer leur aspect visuel.

Les fibres d'origine naturelle présentent des morphologies spécifiques. Les fibres de laine (Figure 1a) sont couvertes d'écaillés de manière analogue aux cheveux et poils humains. Les fibres de coton (Figure 1b) ont quant à elle une structure vrillée et irrégulière.

Les fibres d'origine artificielle sont manufacturées et par conséquent, leur morphologie est tributaire du processus de fabrication mais également parfois des spécificités imposées dans leur utilisation. La structure type est tubulaire (Figure 1c), mais les fibres peuvent également présenter plusieurs lobes, (a)symétriques et/ou (ir)réguliers (Figure 1d). La présence d'agents de matage, sous forme de microparticules dispersées dans le polymère, est très commune dans les fibres synthétiques.

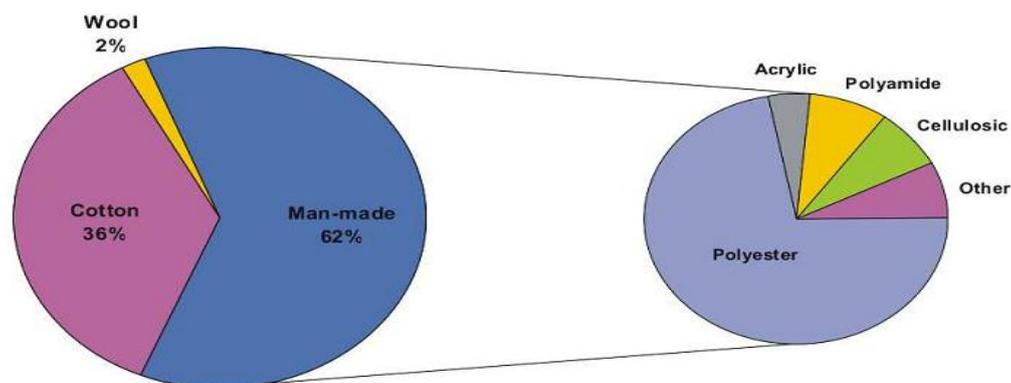
### c) Composition

L'étude de la composition chimique d'une fibre textile vise principalement à identifier les substances synthétiques ou naturelles constituant la fibre. Dans le cas des fibres synthétiques, la chimie des polymères offre une grande variabilité de molécules pouvant être agencées en chaînes ou combinées entre elles au sein de mêmes chaînes. La sensibilité des techniques actuelle permet aisément d'identifier la classe, voire la sous-classe des polymères les plus couramment rencontrés pour les matières textiles : polyester (polyéthylène téréphtalate), nylon (polyamide 6.6), acrylique (polyacrylonitrile), ...

A l'opposé, les fibres naturelles (végétales) sont pour la plupart constituées de cellulose, à l'exception bien entendu, de la laine et de la soie qui sont des fibres animales protéiniques.

## 1.2 Production des fibres textiles

Les statistiques de la production mondiale de fibres textiles sont sans doute le meilleur indicateur des types de fibres qui pourront être rencontrés dans notre environnement. Le graphique de la figure 3 présente la production mondiale de fibres textiles en 2008. Force est de constater que le marché est dominé par les fibres synthétiques (62 %). Les fibres naturelles sont majoritairement représentées par le coton (36 %), alors que la laine représente à peine 2 % de la production mondiale et que les autres types de fibres naturelles sont tellement insignifiants qu'ils n'entrent même pas dans les statistiques.



**Figure 3 :** production mondiale de fibres textiles (2008) et détail des fibres synthétiques

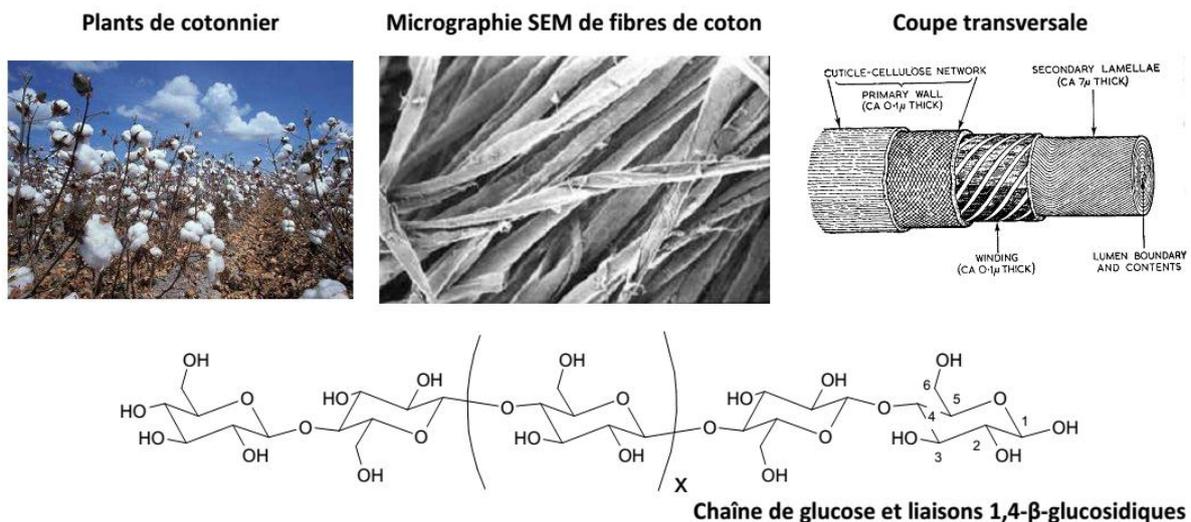
Parmi les fibres synthétiques, il faut distinguer les fibres synthétisées à partir de polymères et les fibres cellulosiques produites à partir de cellulose naturelle régénérée, qui comptent pour à peine 8 % de la production de fibres manufacturées. Leur production est largement dominée par le polyester (72 %). Les autres classes de polymères sont nettement moins représentées : le polyamide (8,4 %), l'acrylique (4,5 %) et d'autres classes (7,2 %) comme le polyéthylène, le polypropylène...

L'évolution de la production mondiale depuis les années 1970 à nos jours montre un essor important de la production de polyester et de coton, alors que la production des autres types de fibres textiles est quasiment constante sur la même période.

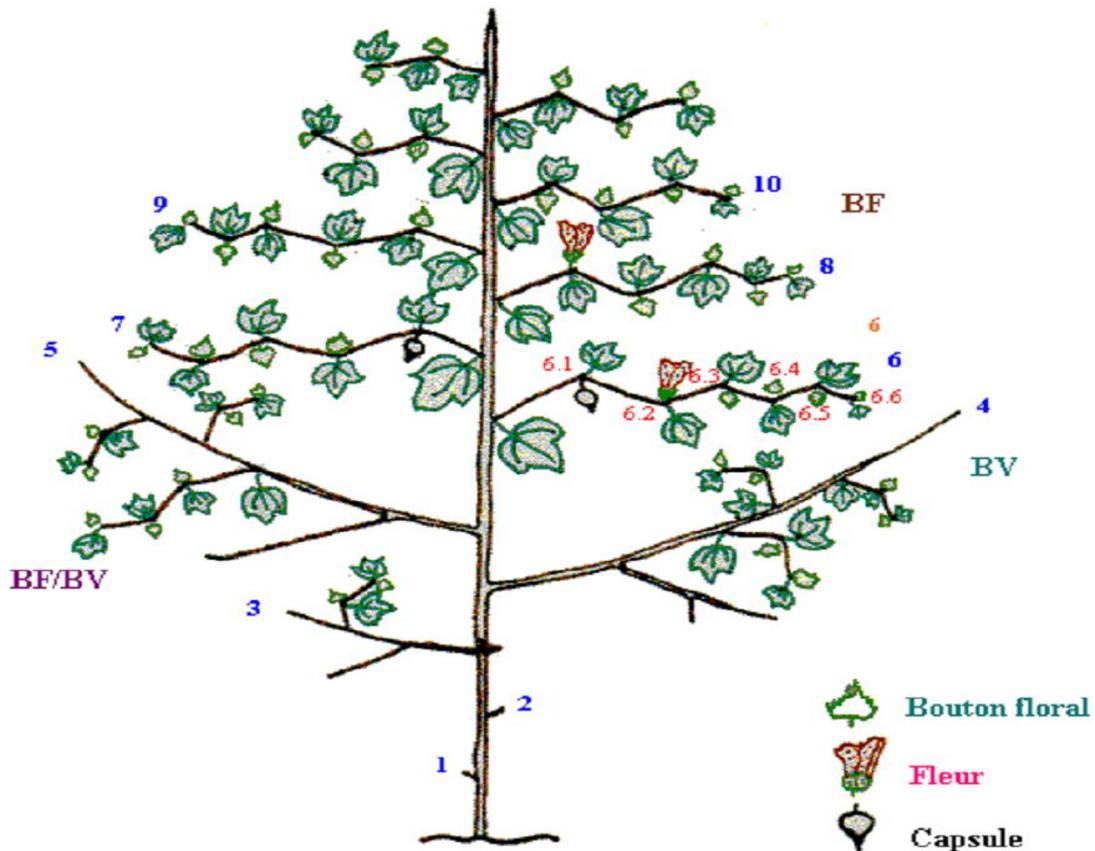
## 2. LE COTON

### 2.1 Origines

Le coton est une fibre entourant les graines à maturité du fruit du cotonnier (genre *Gossypium*), un arbuste (Figure 4) originaire de l'Inde, cultivé dans de nombreux pays aux climats chauds et humides. Avant l'ouverture de la capsule du fruit, la fibre de coton est une cellule fortement allongée en forme de tube de 15 à 40 mm. La coupe transversale d'une fibre (Figure 4) montre une structure en couches : le canal central (lumen), contenant les constituants cellulaires, est entouré d'une paroi primaire mince (0,1 µm d'épaisseur) composée de cellulose, de cires, de lipides et de pectine. De plus, cette gaine primaire est entourée d'une enveloppe externe rigide, la cuticule. Tant que la capsule demeure fermée, la période de maturation se poursuit et la fibre s'épaissit par formation d'une paroi secondaire interne, de couches cellulosiques successives, donc plus épaisse (0,4 µm d'épaisseur).



**Figure 4:** origine, morphologie, structure et composition de la fibre de coton



**BV : Branche Végétative (croissance monopodique)**

**BF : Branche Fructifère (croissance sympodique)**

en bleu: numéro de branche

en rouge: la position du site fructifère

**Figure 5 :** Structure d'une plante de cotonnier montrant les nœuds de la tige principale, les branches végétatives, les branches fructifères, les boutons floraux, fleurs et capsules

Lorsque les capsules s'ouvrent et que l'humidité interne s'évapore, les fibres perdent leur aspect tubulaire. Elles développent des convolutions par fissuration et effondrement des parois, ainsi que par rétrécissement du lumen suite à la disparition du cytoplasme. Cette configuration de la fibre augmente nettement sa flexibilité et facilite grandement le filage.

Enfin, ces vrilles, illustrées à la figure 4 sont un important facteur morphologique dans l'identification microscopique du coton. Toutefois, des fibres de coton immatures peuvent être rencontrées. Elles ne possèdent pas de paroi secondaire et adoptent dès lors une apparence de ruban. Ces fibres « mortes » sont difficiles à éliminer et causent des pertes de rigidité, de même que des problèmes de teinture.

## 2.2 Propriétés

Parmi les fibres textiles naturelles végétales, le coton est sans nul doute l'espèce la plus répandue, il s'agit d'un polymère naturel de cellulose. La cellulose consiste en macromolécules allant de plusieurs centaines à plusieurs milliers d'unités anhydroglucose.

Elle est la partie carbohydrate de la paroi cellulaire des végétaux et elle est seulement composée de molécules de glucose condensées et attachées entre elles par des liaisons 1,4- $\beta$ -glucosidiques (Figure 4).

Le coton brut contient environ 87 % de cellulose, mais après traitements, ce nombre passe à 98-99 %. Il s'agit d'un matériau très absorbant qui, après trempage et centrifugation, peut encore contenir de 35 à 75 % d'eau. La fibre de coton peut être utilisée telle quelle, pour ses qualités hydrophiles, mais ses principales utilisations découlent de la filature et du tissage. En effet, le coton est une fibre textile pratique et peu coûteuse, douce et confortable, son lavage est aisé. Divers traitements lui assurent une valeur ajoutée : lavage des cires, blanchissement, mercerisage (un bain de soude caustique gonfle les fibres pour augmenter leur brillance et diminuer la quantité de colorant à utiliser), teinture ou impression.

Actuellement, les mélanges de fibres – coton et fibres synthétiques de polyester par exemple :

– sont monnaie courante et les conditions d'utilisation du textile impliquent la finesse ou la solidité du tissu, ainsi que d'autres qualités spécifiques éventuelles. Pour terminer, les fibres de coton très courtes, impropres à la filature, sont employées pour la fabrication de papier ou de textiles artificiels, sous forme de cellulose régénérée. La viscose est la fibre cellulosique manufacturée la plus répandue, sa pureté en cellulose est moindre que celle du coton et ses propriétés sont revues à la baisse. La gamme de colorants pour viscose est semblable à celle du coton, les fibres régénérées teintées démontrent cependant une brillance plus élevée.

### **3- Formation des fibres en relation avec le développement de l'organe reproducteur**

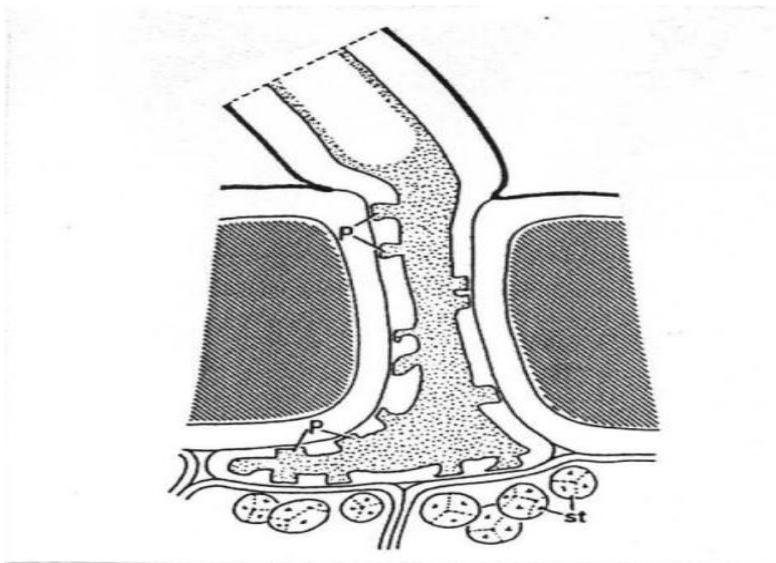
#### **3-1- Structure de l'organe reproducteur : La capsule et ses composants**

La capsule est constituée de 3 à 5 carpelles, divisant le fruit en autant de loges dans chacune desquelles on trouve 6 à 12 ovules, 6 à 9 chez les cotonniers modernes (Parry, 1982). Les carpelles servent de structure physique aux graines, mais également de réserve physiologique. Ils accumulent des quantités significatives d'azote, phosphore et magnésium durant les trois premières semaines de développement, qui sont ensuite remobilisées, au profit des autres constituants de la capsule durant la fin du développement. Les carpelles contribuent à la fixation du carbone durant les 10 premiers jours du développement de la capsule.

La graine de coton est constituée de trois types de tissus : les fibres qui sont issues de la couche la plus externe du tégument de la graine, le tégument de la graine où se terminent les vaisseaux du phloème, et l'embryon constitué principalement par les cotylédons. Sur une graine on comptabilise 12000 à 18000 fibres pour la plupart des variétés.

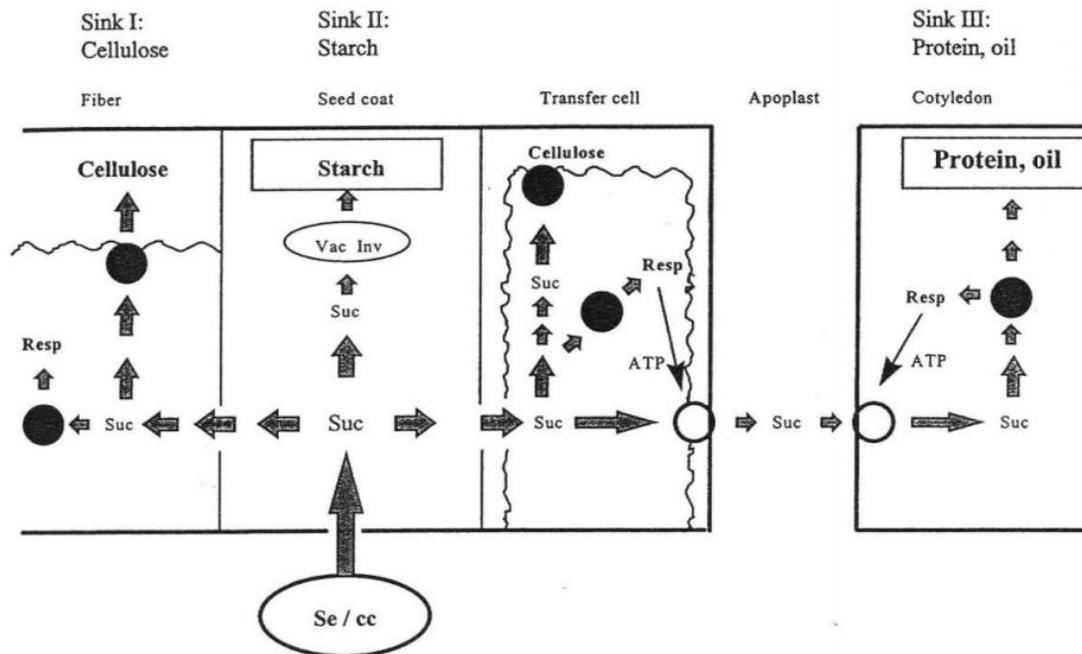
La base de la fibre est enserrée entre les autres cellules de l'épiderme et présente sous cette couche une extension en forme de pied (Figure 6). Cette extension fournit un large zone de contact avec les cellules épidermiques voisines, elle présente de nombreuses punctuations avec des plasmodesmes, qui permettent l'import d'assimilats via le symplasma. La fonctionnalité de cette voie symplastique de transfert a été mise en évidence au travers de l'épiderme de la graine, de la zone de déchargement du phloème aux fibres. Le transfert du saccharose en provenance du phloème à partir du tégument serait sous contrôle de l'enzyme saccharose synthase (SuSy). Cette enzyme permettrait le maintien d'un gradient de concentration faible en saccharose par catalyse de la conversion réversible du saccharose et de l'UDP en UDP-glucose et fructose. Retrouvée également dans les fibres et cotylédons, elle interviendrait dans la biosynthèse des parois et réserves (Figure 7). L'UDP-glucose est un précurseur de nombreuses voies de biosynthèse métaboliques, structurales (précurseur immédiat de la cellulose), et de stockage (amidon, protéines, huile).

L'extension à la base de la fibre se prolonge par un rétrécissement au niveau de l'épiderme de la graine, avant de prendre son diamètre normal. Cette morphologie explique la facilité de l'égrenage, une traction sur la fibre provoquant sa déchirure en ce point de moindre résistance, la séparant de la graine.



**Figure 6** : schéma de la partie basale de la fibre

Sont indiqués les punctuations (p) et l'amidon (st) contenue dans les cellules épidermiques voisines



An integrated model for the role of SuSy in controlling diverse patterns of carbon partitioning in developing cotton seed. ●, SuSy; ○, putative Suc transporter. The arrow indicates the main direction of carbon flow. The differential expression of SuSy protein in fiber cells and transfer cells of the seed coat plays a key role in mobilizing Suc symplastically into fibers for massive cellulose biosynthesis and into transfer cells for possible energy-coupled Suc efflux into the apoplast, where it is then taken up by cotyledonary cells and degraded by SuSy for protein and oil biosynthesis. The remainder of unloaded Suc moves into seed coat cells and is degraded by vacuolar invertase for starch biosynthesis in this tissue. Inv, Invertase; Resp, respiration; Se/cc, sievel element/companion cell complex; Vac, vacuole.

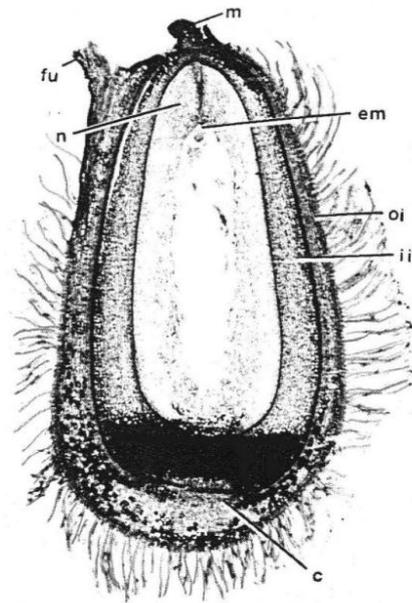
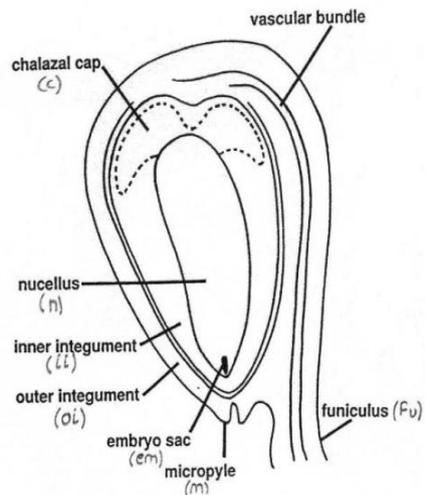
**Figure 7 :** modèle intégrant le rôle de l'enzyme SuSy dans le contrôle de diverses voies du transfert du carbone dans la graine.

### 3-2- Les phases de développement

- **L'anthèse et l'initiation des fibres**

25-30 jours interviennent généralement du bouton floral visible à la floraison. Le stimulus floral doit commencer 10 à 15 jours avant l'apparition du bouton floral. La fleur s'ouvre normalement le matin, peu après le lever du soleil, puis vers 9 ou 10 heures les anthères s'ouvrent à leur tour, libérant les grains de pollen. Les stigmates sont déjà réceptifs à ce stade. Le plus souvent la fleur est fécondée par son propre pollen. Le noyau de l'albumen commence à se développer presque immédiatement après la triple fusion (1 jour après l'anthèse). L'œuf fécondé ne se divise pas avant 3 à 4 jours après l'anthèse. Le lendemain de l'anthèse, la corolle rougit, puis finit par tomber un ou deux jours plus tard. La différenciation des cellules de l'épiderme de la graine qui donneront les fibres a lieu 2 à 3 jours avant l'anthèse. Il est généralement admis que l'initiation des fibres débute le jour de l'anthèse, bien qu'une étude ultra-structurale ait permis de détecter une initiation primaire des fibres 16 heures avant anthèse.

(A)



**Figure 8 :** (A) schéma à floraison et (B) coupe longitudinale à 5 jours d'une graine de cotonnier

Celle-ci se traduit par un grossissement cellulaire et nucléaire, par une réduction de composés phénoliques dans la vacuole et par une augmentation de la densité cytoplasmique.

L'initiation débute sur la crête de la chalaze (extrémité arrondie de la graine, proche des terminaisons des vaisseaux du phloème, figure 5 A et B) et se poursuit progressivement jusqu'au micropyle (extrémité pointue proche du funicule). Cette transition dans l'initiation a été reliée selon différentes hypothèses à un gradient de concentration en substances de croissance (auxine et acide gibbérellique) déclinant à partir de la chalaze, ou à un transport de substances de croissance par le système vasculaire qui aboutit du côté de la chalaze.

Une seconde vague d'initiation de fibres a lieu vers le 6<sup>ème</sup> jour après l'anthèse. Leur développement est alors différent. La différence majeure est dans le diamètre des fibres, celles-ci forment un duvet (ou «fuzz»), qui reste sur la graine après l'égrenage. Les fibres de ce duvet s'allongent moins rapidement et cessent leur élongation en même temps que les autres fibres.

- **Le stade limite d'avortement des graines**

Le nombre de graines par capsule est fonction du nombre d'ovules par fleur et de l'efficacité de la fécondation. Le nombre d'ovules par fleur est essentiellement une caractéristique génétique qui est établie aux alentours de trois semaines avant floraison. En fonction des conditions, pendant et après fécondation, des avortements de graines peuvent avoir lieu jusqu'à 12 à 14 jours après anthèse. Cet âge correspond au stade à partir duquel les graines passent en phase d'accumulation rapide de poids sec. Il est possible de

l'assimiler au stade limite d'avortement (SLA) défini chez les légumineuses comme la fin des divisions cellulaires de l'embryon.

Les « motes » sont des structures qui dérivent d'un ovule, mais qui présentent les signes d'un arrêt de développement. Selon leurs tailles on peut les classer en ovules non pollinisés, en graines non développées ou partiellement développées.

En fait, leur apparence dépend du stade de maturité atteint par la graine avant l'arrêt du développement. Une fécondation incomplète donne de petits « motes » ou « motes à fibres courtes ». Quand le développement de l'embryon et de la fibre sont stoppés à un stade supérieur, de gros « motes » ou « motes à longues fibres » sont formés, d'aspect assez similaire à une graine mature, ils ont de longues fibres immatures. Ces fibres contribuent au rendement, mais réduisent la qualité du fait de leur faible maturité. La période de développement critique pour les « motes à fibres courtes » se situerait 2 à 3 semaines avant la floraison lorsque peuvent se produire des développements atypiques des grains de pollens ou d'ovules. De plus, de fortes températures et taux d'humidité le jour de l'anthèse peuvent affecter la dispersion du pollen. Pour les « motes à fibres longues » la période critique s'étendrait de la fécondation jusqu'à la fin de l'élongation de l'embryon, soit environ 21 jours après anthèse.

- **Elongation des fibres et grossissement des graines**

2 à 3 jours après anthèse, les fibres ont atteint leur circonférence finale, leur extrémité s'effile, la croissance en longueur excède celle en largeur et se poursuit en spirale. La cellule accumule une grande quantité de potassium et d'un acide organique (le malate) dans sa vacuole créant le faible potentiel hydrique nécessaire à son expansion. Une paroi primaire, mince et extensible, se met en place pendant cette phase, composée principalement d'hémicellulose et de composés pectiques. La croissance des fibres est de type diffuse, localisée sur toute sa surface, et non exclusivement à son extrémité.

Cut : cuticule

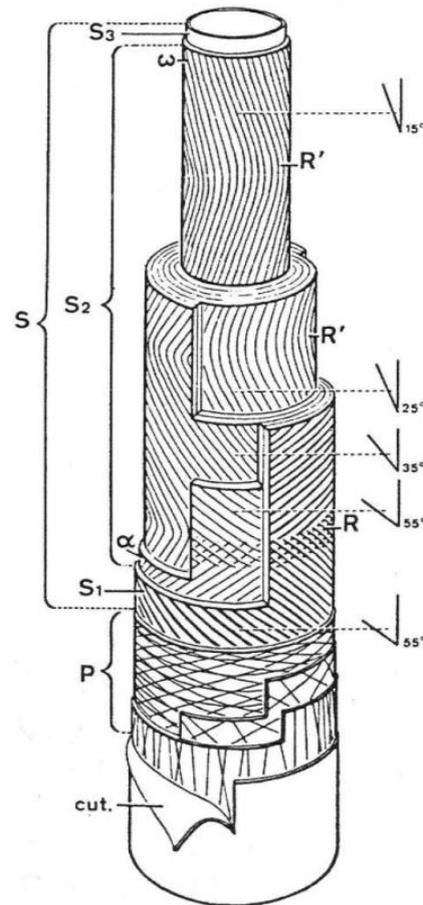
P : paroi primaire

S1 : couche S1

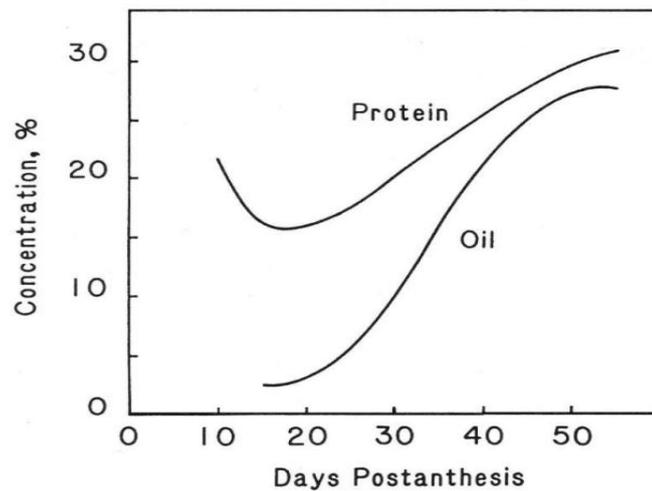
S2 : couches S2  $\alpha$  -  $\omega$

R : inversion avec fibrilles croisées

R' : inversion avec fibrilles courbées  
angle des fibrilles



**Figure 9:** schéma d'une fibre mature



**Figure 10 :** Teneurs en protéines et huile durant le développement des graines

Les 4 à 6 premiers jours suivant l'anthèse, presque toute la matière sèche distribuée à la graine part vers le tégument externe où se forment les fibres . Ainsi c'est presque exclusivement ce tissu qui répond aux variations des conditions environnementales, influençant le nombre de fibres par graine, ainsi que leur longueur. Le potentiel d'élongation de la fibre serait déterminé précocement, l'acide gibbéréllique (GA) étant efficace seulement

les quelques jours suivant l'anthèse. Des différences de taille et d'activité du nucléole des fibres ont été corrélées à leurs dimensions finales.

Dans les premiers temps, tandis que la graine grossit, l'embryon reste petit, mais les tissus nourriciers de l'embryon (l'albumen, alimenté par les réserves du nucelle) sont le siège d'une intense prolifération cellulaire. Sur trois cultivars de *Gossypium hirsutum*, ont montré que l'allongement de la fibre (L, en mm) durant la période de grossissement (8 à 17 jours après anthèse) était relié à l'augmentation en volume de l'ovule (V, en  $\mu\text{l}$ ) :  $L = \beta V^\alpha$  ;  $\beta$  et  $\alpha$  étant des paramètres de croissance caractéristiques du cultivar. Aucune corrélation n'a été obtenue entre la taille finale de la graine et la longueur finale des fibres de capsules matures, mais la proportion de fibre (calculé par : lint index / (lint index + seed index) ; le seed index étant la masse de 100 graines et le lint index la masse de fibres de 100 graines) est corrélée négativement au volume de la graine des trois cultivars.

- **Remplissage des structures**

La formation des parois secondaires débute dans la fibre entre 15 et 18 jours après anthèse avec un taux de dépôt maximum entre 26 et 28 jours. Mais l'allongement de la fibre continue jusqu'à 21 à 25 jours, les deux phases se chevauchant sur 5 à 10 jours. Les périodes exactes d'élongation et de remplissage dépendent de la variété, et des conditions de température et de lumière.

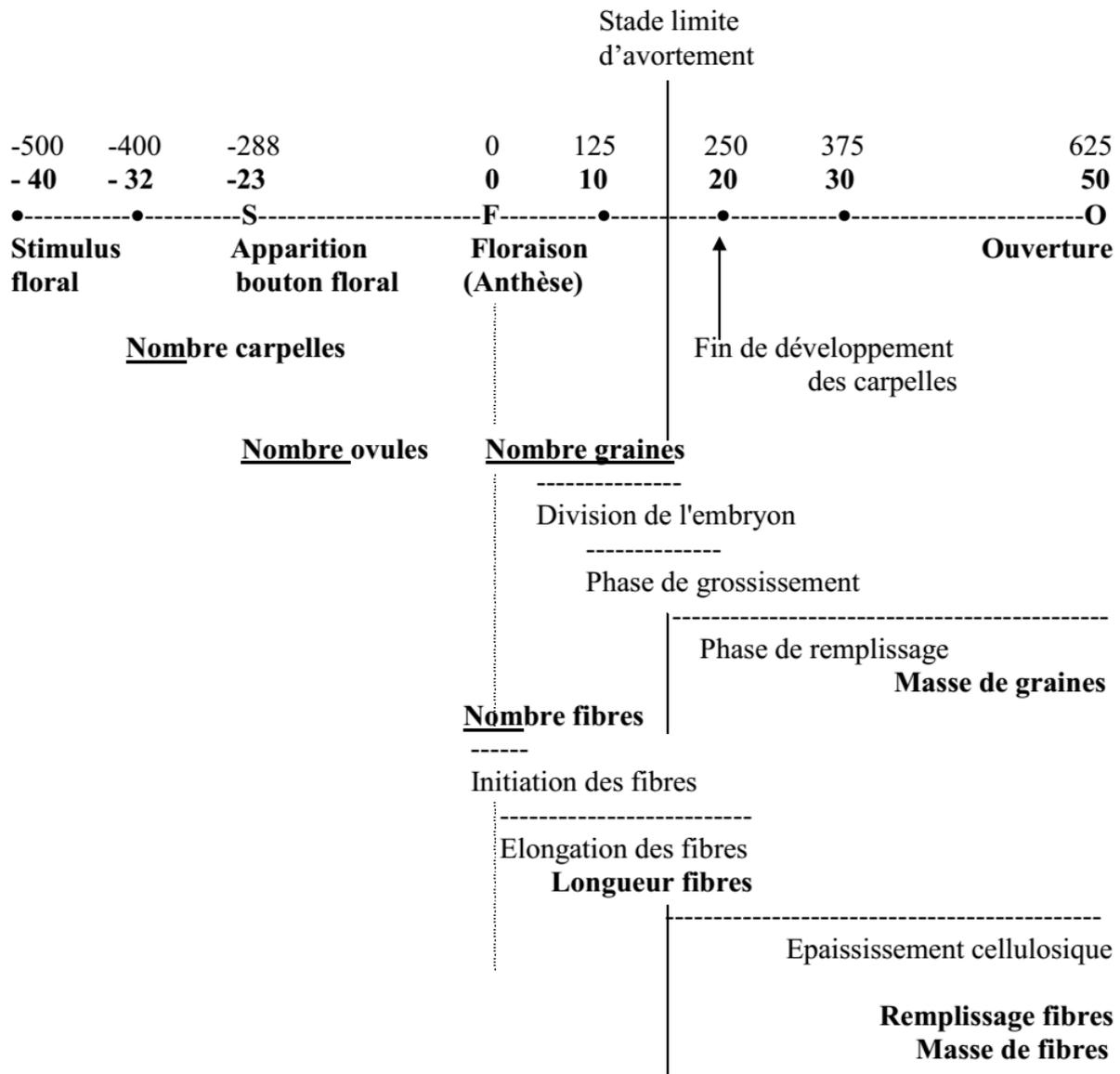
La paroi secondaire qui se met en place est constituée d'une première couche de transition appelée S1 et de plusieurs couches S2, qui se déposent en spirale selon un angle variant le long de la paroi interne. Ces dernières couches sont composées de cellulose fortement polymérisée, formant une structure rigide, plus cristalline. En effet, les chaînes de cellulose organisées en microfibrilles parallèles sont plus proches les unes des autres. L'angle de la spirale approche les 20 à 45 degrés dans la partie centrale (40 à 50 degrés pour S1), il change de direction par intervalle formant des inversions (reversals) communément observés dans toutes les parois secondaires.

Les taux de remplissage de la paroi secondaire varient au sein d'une capsule. Des coupes transversales de fibres réalisées par Goynes *et al.*, (1995) montrent des épaisseurs de parois variables à tous les stades de développement et pour plusieurs variétés de *G. hirsutum* et *G. barbadense*.

Une semaine après anthèse, de l'amidon est accumulé dans les téguments de l'ovule. A partir de 15 jours, cet amidon est dégradé et apparaît simultanément dans l'embryon, atteignant un maximum vers 35 jours. Le jeune embryon commence le développement de ses cotylédons au moment où les dépôts secondaires commencent dans la fibre. Lorsqu'il a atteint sa taille maximale l'embryon a utilisé la majeure partie de l'albumen.

Tandis que la partie externe de la graine accumule seulement la cellulose, l'embryon accumule les lipides et les protéines (figure 11). Il y a une faible mais progressive accumulation de lipides polaires durant le développement de l'embryon. Les lipides neutres,

qui constituent la majeure partie des réserves de stockage augmentent rapidement dans la graine du 26<sup>ème</sup> - 30<sup>ème</sup> jour au 45<sup>ème</sup> jour et ensuite n'augmentent plus que lentement.



**Figure 11 :** Chronologie de mise en place des composants de la capsule. Chronologie en jour ou degrés-jours (base 13°C) à partir de l'anthèse

Globalement à partir de 35 jours, les accumulations de masse déclinent, l'huile est la seule réserve de carbone qui continue à augmenter. Par contre l'accumulation des minéraux continue dans l'embryon, tandis que leurs taux diminuent dans les parois des carpelles et dans les fibres. L'azote est le composé minéral majeur accumulé dans les graines, à maturité plus de 90 % de l'azote de la capsule est retrouvé dans les graines.

Le plus abondant dans les fibres est le potassium. A partir de 20 jours, la teneur en protéines totales de la graine augmente en fonction du temps de manière quasi linéaire jusqu'à la déhiscence de la capsule. L'accumulation de cellulose dans les fibres stoppe apparemment avant que l'accumulation des réserves ne cesse dans l'embryon. L'énergie

calorique nécessaire pour la production de graines est le double de celle demandée pour la production de fibres.

Le remplissage s'arrête de 4 à 0 jours avant l'ouverture de la capsule. A l'ouverture du fruit, la fibre, qui avait un aspect tubulaire, se dessèche lentement et se vrille irréversiblement. Le dessèchement de la fibre débute avec la déshydratation du protoplasme du lumen et de l'eau intermoléculaire, ce qui lui confère un aspect plat en forme de ruban entortillé. Le vrillage est indispensable à la filature du coton : un fil est composé de fibres parallèles et torsadées mécaniquement et dont l'état ne se maintient que par les frictions du vrillage des fibres entre elles.