SUPPLÉMENT TECHNIQUE

LE TRAITEMENT DE LA LAINE PAR LA CASÉINE EN VUE DE RÉDUIRE SON FEUTRAGE

par

G. GÉNIN

Ingénieur E.P.C.

Il a été proposé de nombreux procédés afin de réduire le feutrage de la laine, ils peuvent se grouper en deux catégories : les traitements par une résine ou les traitements chimiques. Les premiers présentent certains avantages dus en particulier à ce qu'ils n'altèrent pas la fibre et que souvent au contraire, ils améliorent ses qualités mécaniques. Cependant, les traitements chimiques sont les plus utilisés pratiquement, car leur prix de revient est moins élevé et ils sont d'une application plus facile.

Des travaux entrepris par JACKSON et ses collaborateurs, dès 1951 [1] avaient montré que pour améliorer d'une façon efficace la laine, une résine doit présenter un certain nombre de propriétés.

- 1° Posséder une bonne adhérence pour la fibre de laine ;
- 2° Présenter sous sa forme finale des qualités physiques satisfaisantes de dureté et de solubilité ;
- 3° Pouvoir s'appliquer uniformément à la surface des fibres de laine, de préférence sous la forme d'une solution.

Les polyamides polymérisées et substituées présentent après hydrolyse l'ensemble de ces propriétés. Malheureusement, ces résines sont d'un prix élevé, ainsi que les solvants nécessaires dans leur utilisation. C'est la raison pour laquelle JACKSON et BACKWELL [2] ont eu l'idée d'utiliser des solutions ou des dispersions de protéines naturelles, afin d'améliorer la laine au point de vue de sa résistance au feutrage, et éviter ainsi l'emploi de produits coûteux.

L'examen des propriétés des protéines naturelles montre qu'elles répondent aux conditions 1° et 3° précédentes. Par contre, elles ne répondent pas à la seconde condition, et il est nécessaire de procéder à un traitement complémentaire pour modifier les propriétés physiques du dépôt de protéine sur la laine. C'est l'essentiel des recherches entreprises par JACKSON et BACKWELL que nous allons résumer dans ce qui suit.

On sait qu'un procédé très fréquent de traitement des protéines, consiste à faire appel à la formaldéhyde ou à un agent tannant. Le

traitement de durcissement de la caséine par la formaldéhyde est une opération courante et JACKSON a donc eu l'idée de faire appel à cette protéine et à ce mode de traitement en vue de mettre au point un procédé d'amélioration de la résistance de la laine au feutrage.

Les essais ont porté sur un tissu croisé en laine possédant les mêmes fils de chaîne et de trame et pesant 100 à 135 grammes au mètre carré. Les échantillons de tissu, mesurant environ 150 millimètres de côté, étaient tout d'abord extraits au Soxhlet par l'alcool éthylique à 95 % (sauf dans les cas signalés plus loin où ce traitement a été volontairement omis), et ils étaient ensuite rincés à l'eau distillée. Avant traitement, on procédait à un conditionnement du tissu dans une atmosphère à 65 % d'humidité et à la température de 20°, puis à leur pesée. Après traitement, une nouvelle pesée était effectuée dans les mêmes conditions afin de déterminer le poids de caséine fixée.

Comme caséine, JACKSON et BACKWELL ont utilisé un échantillon commercial de caséine lactique, lavée quatre fois à l'eau distillée tiède, séchée à la température ordinaire, puis broyée pour passer au tamis 100.

Une étude de ce genre nécessitait évidemment un mode simple d'appréciation du retrait des tissus au feutrage. Cet essai a été effectué en opérant dans une machine à laver à cage cylindrique, du type horizontal, et en utilisant une solution de savon d'une concentration de 0,05 % à la température de 35 à 40° C. Le lavage était poursuivi jusqu'à ce qu'un échantillon témoin servant de contrôle présente un retrait en surface de 40 %.

Enfin, un certain nombre de procédés ont été imaginés pour apprécier la résistance du traitement aux différentes opérations que peut subir un tissu. Par exemple, pour déterminer la résistance du dépôt de caséine à un lavage prolongé, les échantillons traités ont subi six lavages successifs, d'une durée suffisante pour provoquer sur un échantillon de tissu servant de témoin, un retrait en surface d'environ 40 %. Pour évaluer la résistance à l'eau bouillante, les échantillons traités étaient immergés dans de l'eau distillée bouillante pendant une heure, ils subissaient ensuite un conditionnement et l'essai de lavage afin d'apprécier leur retrait. Enfin, pour apprécier la résistance du traitement aux solutions acides bouillantes, les échantillons traités étaient immergés dans une solution d'acide sulfurique bouillante, d'une concentration 0,05 ou 0,02 N pendant une heure, lavée à l'eau courante, puis ils subissaient l'essai de retrait décrit précédemment. Les concentrations acides utilisées correspondent à celles des solutions employées couramment pour la teinture acide de la laine.

Partie expérimentale

La solution de caséine servant au traitement des tissus de laine était préparée en agitant 0 gr. 75 de caséine avec 10 cm³ d'eau et en ajoutant une quantité suffisante de soude 0,5 N (environ 1 cm³), pour élever le pH à 8. L'échantillon de laine est alors imprégné avec son propre poids de cette dispersion en opérant dans un tube à essai, muni d'un piston plongeur, afin d'obliger, par compression, le liquide à pénétrer dans le tissu. Celui-ci était ensuite immergé pendant 16 heures à 21° C., dans une solution de durcissement, contenant 1% en poids d'acide sulfurique, 10% de sulfate de sodium et 2% de formaldéhyde. Il subissait un lavage complet, afin d'éliminer l'acide, il était ensuite conditionné et pesé. Dans ces conditions, l'augmentation des poids du tissu était de 8%, et l'essai de retrait au lavage montrait un retrait en surface de 3%, contre 40% pour l'échantillon témoin non traité.

Cependant, ce traitement présentait l'inconvénient de ne pas résister à des lavages successifs et à l'action d'une solution acide bouillante. JACKSON a donc recherché quels étaient les facteurs dans la composition du bain de durcissement susceptibles d'améliorer la tenue du traitement. Les facteurs suivants ont été examinés:

a) *Influence de la teneur en sulfate de sodium et du pH.*

Tous les bains de traitement utilisés contenaient la même proportion de formaldéhyde que précédemment, mais la teneur en formaldéhyde et le pH étaient modifiés. Les résultats de ces essais ont montré que, malgré la modification du pH et de la teneur en sulfate de sodium, il n'était pas possible d'améliorer la résistance à une solution d'acide bouillante du tissu traité. Par contre, on a pu améliorer d'une façon satisfaisante la résistance du tissu à des lavages successifs et à l'action de l'eau bouillante, en opérant avec une solution de durcissement contenant 2% de formaldéhyde, 5% de sulfate de sodium, le pH étant réglé entre 7,5 et 8,0.

De nouveaux essais ont alors été entrepris en élargissant les limites des proportions d'acide et de sulfate de sodium utilisées dans le bain de durcissement. On a constaté qu'on pouvait améliorer d'une façon sensible la résistance à l'acide bouillant, en utilisant des bains de durcissement renfermant de 20 à 30% de sulfate de sodium et d'acide sulfurique, mais aux dépens de la résistance à des lavages répétés.

b) *Influence de la concentration en formaldéhyde et de la durée et de la température de durcissement.*

Les échantillons de tissu, après avoir été imprégnés par la solution de caséine, comme il a été indiqué précédemment, ont subi des

durcissements pendant des temps variables et avec des bains renfermant des proportions différentes de formaldéhyde en opérant à 21, à 35, à 50 et à 70° C.

Les résultats obtenus ont montré que si le durcissement est effectué dans une solution ayant une faible concentration en sulfate de sodium, à un pH compris entre 8,0 et 8,5, et à température élevée, on obtient une bonne résistance du tissu traité à des lavages répétés et à l'action d'une solution acide bouillante. Toutefois, lorsqu'on opère à 70° C., le retrait du tissu est plus élevé que si on opère à 50° C. Cela est dû à l'élimination d'une partie de la caséine déposée sur le tissu, avant que celle-ci ait été suffisamment durcie. On a pu surmonter cette difficulté en immergeant tout d'abord les tissus traités dans une solution froide de durcissement, et en élevant ensuite la température à 70°. On a constaté qu'un durcissement de 15 minutes de la caséine à la température de 21° C. était suffisant pour durcir ce produit, de sorte qu'il n'était plus éliminé par un traitement complémentaire effectué dans une solution portée à la température de 70° C.

c) *Emploi d'un double traitement de durcissement.*

Afin d'éviter d'avoir recours à un traitement de durcissement effectué à température élevée, on a procédé à un double traitement réalisé dans les conditions suivantes : premier traitement d'une durée de 8 heures dans une solution d'un pH de 8,0 à 8,5 et à la température de 25° C., dans un bain renfermant 5% de sulfate de sodium, puis second traitement, également d'une durée de 8 heures, effectué à température de 21° C., dans un bain renfermant 30% de sulfate de sodium et 30% d'acide sulfurique. Dans ces conditions, on obtient une résistance satisfaisante à des lavages répétés et à l'action d'une solution acide bouillante. Si par contre, le durcissement commence par l'emploi de la solution de sulfate et d'acide, pour se poursuivre ensuite en utilisant la solution à un pH de 8,0 à 8,5, les tissus traités ne présentent pas une bonne résistance à des lavages répétés.

d) *Quantité de caséine nécessaire.*

Des essais ont été effectués en modifiant la quantité de caséine fixée par le tissu. Ils montrent que, par exemple, lorsque la proportion de caséine, par rapport au poids des tissus préalablement traités par l'alcool éthylique, augmente et passe de 1,5 à 3,7%, on observe tout d'abord une augmentation de la résistance aux lavages successifs, mais par contre, lorsque la proportion de caséine dépasse 2,1%, l'augmentation n'est plus très sensible. Par contre, si le tissu n'a pas été extrait préalablement par l'alcool éthylique et même si on porte la proportion de caséine fixée par le tissu à 4%, les échantil-

lons obtenus ne résistent pas à des lavages successifs sans supporter de retraits importants.

e) *Etude d'un prétraitement par l'eau oxygénée.*

Des échantillons de tissu non préalablement extraits par l'alcool éthylique ont été immergés pendant 16 heures, à la température de 50° C., dans des solutions contenant 0,6 % d'eau oxygénée et dont le pH avait été réglé à différentes valeurs. On les a ensuite imprégnés par une solution de caséine à 4 %, et ils ont subi un traitement de durcissement. On obtient des résultats intéressants au point de vue résistance au feutrage au cours de lavages successifs, lorsque le pH de la solution d'eau oxygénée est maintenu à des valeurs voisines de 6,8 à 7,8. Par contre, pour des valeurs plus élevées et surtout pour des valeurs plus basses du pH, le traitement est sans efficacité.

Conclusions

On voit que l'efficacité du traitement d'un tissu de laine par une solution de caséine dans le but d'éviter ou de réduire la contraction qui se produit au cours des lavages successifs dépend essentiellement des conditions dans lesquelles est effectué le traitement de durcissement. Une bonne résistance au retrait est favorisée lorsque le durcissement s'effectue dans des solutions de formaldéhyde de faible concentration en électrolyte (sulfate de sodium) et de pH compris entre 7 et 10. Aux plus faibles valeurs de pH, le durcissement effectué est incomplet, tandis que si on opère à des pH supérieurs, la caséine tend à être extraite de la laine avant qu'elle ait eu le temps de durcir.

Cette question de l'augmentation de la résistance de la caséine aux solutions aqueuses chaudes avait déjà été signalée par d'autres chercheurs effectuant des travaux dans le domaine des fibres artificielles à base de protéines régénérées et par exemple, WORMELL et KNIGHT [3] avaient observé en 1942, qu'on augmente la résistance de ces filaments si le durcissement s'effectue dans une solution de formaldéhyde contenant de fortes concentrations en acide sulfurique et en électrolyte. De même, JACKSON a observé que la résistance des tissus traités aux solutions aqueuses chaudes et acides est favorisée par un durcissement dans des solutions de formaldéhyde contenant des fortes teneurs en électrolyte et en acide, lorsque l'opération se fait à température ordinaire.

Cependant, ce traitement ne communique pas aux tissus une bonne résistance à des lavages répétés et pour obtenir un produit présentant toutes les qualités désirables, il faut opérer à température élevée, et avec des solutions présentant un pH de 8 à 9.

Les conditions de durcissement qui donnent à la fois une bonne

résistance à des lavages répétés et à des solutions acides sont les suivantes : 8 heures à 50° ou 6 heures à 70°, dans une solution renfermant 0,5 % de formaldéhyde et 5 % de sulfate de sodium avec un pH 8. Lorsqu'on opère dans ces conditions à 70°, il est nécessaire auparavant d'immerger les tissus dans une solution froide de durcissement et d'élever ensuite la température à 70° afin d'éviter l'élimination de la caséine par la solution chaude, avant qu'un durcissement suffisant se soit produit. Cependant, cette élimination peut être réduite et même supprimée en augmentant la concentration de la formaldéhyde ou de l'électrolyse dans la solution de durcissement.

Par exemple, en utilisant une solution contenant 15 % de sulfate de sodium et 0,5 % de formaldéhyde, et en effectuant le durcissement pendant 6 heures à 70° en opérant avec un pH 8, on obtient une bonne résistance à la fois à des lavages répétés et à une solution bouillante d'acide sulfurique 0,05 N.

Si le tissu de laine traité par la caséine est durci tout d'abord dans une solution de formaldéhyde, contenant peu ou pas d'électrolyte, à un pH de 8 à 9, à la température ordinaire, puis ensuite, en opérant toujours à la température ordinaire, dans une solution de formaldéhyde contenant de fortes concentrations d'électrolyte et d'acide, une bonne résistance à des lavages répétés et à des solutions chaudes et acides est obtenue. Si l'ordre des traitements est inversé, le résultat est moins bon. La présence d'acide et d'électrolyte semble affecter le dépôt initial de caséine sur la fibre et réduit l'adhérence entre la fibre et la caséine. Par contre, en effectuant tout d'abord un durcissement avec peu ou pas d'électrolyse, une bonne adhérence est obtenue et le traitement ultérieur améliore le durcissement de la caséine et lui permet de mieux résister aux solutions acides chaudes.

Dans le cas des tissus extraits au préalable par l'alcool éthylique, il faut que l'augmentation de poids du tissu provenant d'une part de l'augmentation de poids due à la caséine fixée et de celle résultant du traitement de durcissement, atteigne 4 à 5 % pour obtenir une bonne résistance à des lavages prolongés et à l'action des solutions aqueuses acides chaudes lorsque le durcissement a été effectué dans des conditions optima décrites ci-dessus. Dans cette augmentation de poids, environ 1 à 2 % représentent la formaldéhyde combinée à la laine et 3 à 4 % le poids de caséine fixée. Si le tissu n'a pas subi de traitement préalable, il faut utiliser une plus forte quantité de caséine.

Grâce aux méthodes qui viennent d'être décrites, les inconvénients de l'emploi des résines de polyamide en vue de réduire le

feutrage des tissus de laine, se trouvent surmontés en faisant appel à un produit peu coûteux, la caséine, sous la forme d'une dispersion aqueuse. Cependant, un prétraitement est encore nécessaire, si on veut obtenir des résultats probants. Un prétraitement avec une solution alcaline alcoolique présente des avantages comme l'ont montré DELMENICO, JACKSON et LIPSON [4] en 1954 et JACKSON [5] en 1954. Cependant, au point de vue industriel, il est certain que les prétraitements évitant l'emploi de solvants inflammables, comme par exemple, un prétraitement par l'eau oxygénée ou un prétraitement par le chlore présenteraient des avantages, tout en risquant d'endommager les fibres. Un traitement de blanchiment par l'eau oxygénée se révèle assez efficace, il est probable également qu'un traitement par le chlore à sec ou à l'état humide serait également utilisable.

La laine qui a été prétraitée par l'une de ces méthodes puis imprégnée avec une solution de caséine et ensuite traitée par un bain de durcissement à base de formaldéhyde, résiste beaucoup mieux au feutrage et au retrait pendant le lavage et son aspect n'est que peu altéré.

Les essais ont été entrepris afin de simplifier le mode opératoire, par exemple, en procédant au durcissement du tissu imprégné sans avoir à lui faire subir un séchage préalable, ou encore en incorporant la formaldéhyde dans la dispersion de caséine immédiatement avant l'imprégnation. Si dans ces conditions, on diminue le retrait du tissu, on ne parvient pas encore à obtenir un résultat susceptible de résister à des lavages successifs.

RÉFÉRENCES

- [1] D. L. C. JACKSON. *Textile Res. Journal*, 1951, **21**, 655.
D. L. C. JACKSON et M. LIPSON. *Textile Res. Journal*, 1952, **21**, 156.
D. L. C. JACKSON. *Textile Res. Journal*, 1953, **23**, 616.
- [2] D. L. C. JACKSON et A. R. A. BACKWELL. *Australian Journal of Applied Sci.*, 1955, **6**, n° 2, 244.
- [3] R. L. WORMELL et C. L. KNIGHT. Br. ang. 549.642. 1^{er} décembre 1942.
- [4] J. Delmenico, D. L. C. JACKSON et M. LIPSON. *Textile Res. Journal*, 1954, **24**, 828.
- [5] D. L. C. JACKSON. *Chem. Ind. Eng.*, 1954, **3**, n° août, 19.

Les recherches résumées ci-dessus ont été exécutées aux Wool Textile Research Laboratory, à Geelong. Etat de Victoria, Australie.