Utilisation des micro-ondes dans l'ennoblissement textile

Sandrine Dewez

▶ **To cite this version:**

Sandrine Dewez. Utilisation des micro-ondes dans l'ennoblissement textile. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, 2008. Français. NNT : 2008VALE0036 . tel-03012402

HAL Id: tel-03012402
https://uphf.hal.science/tel-03012402

Submitted on 18 Nov 2020

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

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

2008 VALE 0036

N° d'Ordre : 08 / 34 Année 2008

THESE

Pour l'obtention du titre de

Docteur de l'université de Valenciennes et du Hainaut Cambrèsis
Spécialité : Sciences pour l'ingénieur

Par

Sandrine DEWEZ
Ingénieur ENSAIT

UTILISATION DES MICRO-ONDES DANS L'ENNOBLISSEMENT TEXTILE

Soutenue le 5 décembre 2008 à L'ENSAIT (Roubaix)

JURY

Président	**M Anne Leriche**
Rapporteurs	**M Abdelaziz Lallam**
	M Carlo Mazzocchia
Examinateurs	**M Anne Leriche**
	M Anne Perwuelz
Invité	**M Eugène PEENAERT**

N° d'Ordre : 08 / 34 Année 2008

THESE

Pour l'obtention du titre de

Docteur de l'université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis
Spécialité : Sciences pour l'ingénieur

Par

Sandrine DEWEZ
Ingénieur ENSAIT

UTILISATION DES MICRO-ONDES DANS L'ENNOBLISSEMENT TEXTILE

Soutenue le 5 décembre 2008 à L'ENSAIT (Roubaix)

JURY

Président	**M Anne Leriche**
Rapporteurs	**M Abdelaziz Lallam**
	M Carlo Mazzocchia
Examinateurs	**M Anne Leriche**
	M Anne Perwuelz
Invité	**M Eugène PEENAERT**

AVANT-PROPOS

Je tiens, tout d'abord, à remercier M. Eugène PEENAERT, directeur de l'entreprise A.M.P. située à Chaulnes, pour m'avoir confié ce projet ainsi que tout le personnel de la société pour sa disponibilité,

Je remercie l'université de Valenciennes et le laboratoire GEMTEX pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse de doctorat,

J'adresse également mes remerciements à ma directrice de thèse, Mme Anne PERWUELZ, et ainsi qu'à Mme Lova RAZAFIMAHEFA qui par leurs conseils ont contribué au bon déroulement de cette étude,

Je remercie M Lallam et M Mazzocchia pour avoir accepter de juger ce rapport,

Je remercie Mme Leriche pour avoir accepté de juger ce travail.

Un grand merci au GEMTEX (laboratoire de GEni et Matériaux TEXtiles de L'ENSAIT) pour m'avoir accueillie pendant ces quatre années,

Je remercie particulièrement M. Christian CATEL, technicien au laboratoire d'ennoblissement de l'ENSAIT, pour son aide quant à l'utilisation des appareils, ses conseils, sa disponibilité et les renseignements qu'il a pu me fournir.

Enfin, je remercie Mme Magali LORTHIOIR pour la bonne entente qui a régné au sein de notre équipe tout au long du projet.

Merci à Alex et Ethan pour leur patience pendant les dernières semaines de rédaction.

SOMMAIRE

Avant-propos 2

Sommaire 3

Glossaire 6

Objet de l'étude 8

Chapitre I : 9

Etude bibliographique 9

A. Les micro-ondes 10
I. Introduction 10
II. Généralités sur les ondes électromagnétiques 11
III. Les micro-ondes 14
IV. Micro-ondes et milieu poreux 22

B. Le polyester 25
I. Historique 25
II. Composition chimique 25
III. Filage du polyester 25
IV. Structure du polyester 26
V. Propriétés du polyester 29

C. L'ennoblissement des textiles 32
I. Introduction 32
II. Les prétraitements 33
III. Généralités sur la teinture 37
IV. La teinture du coton 39
V. La teinture de la laine 40
VI. La teinture du polyester 41
VII. Utilisation des micro-ondes dans l'ennoblissement textile 49

Chapitre II 58

Utilisation des micro-ondes pour l'ennoblissement des textiles : faisabilité et matériel micro-onde 58

A. Description du procédé 59
I. Rapide historique du projet 59
II. Description du procédé 59
III. Le four ménager 59
IV. la ligne pilote de laboratoire 62
V. Défilement du tissu et foulardage 76

B. Etude de faisabilité 78
I. Post-traitement du polyester 78
II. Préparation du coton 80
III. Teinture du coton 87
IV. Préparation de la laine 91
V. Teinture de la laine 94
VI. Teinture du polyester 97
VII. Teinture du mélange coton - polyester 98
VIII. Conclusion 99

Chapitre III 101

Etude de la teinture du PET avec les colorants dispersés sous champ micro-ondes 101

A. Matériel et méthode de caractérisation 102
I. Objet de l'étude 102

II. Colorimétrie 102
III. Autres paramètres important pour l'évaluation de la qualité d'une teinture 105
IV. Le tissu et les colorants 106
V. Le bain de teinture et le post-traitement 112
VI. Le chauffage par Air pulsé 113
VII. Essais préliminaires 114

B. Etude de la teinture du polyester en colorant dispersé 122
I. Rappel des paramètres de l'étude 122
II. Rendement tinctorial en fonction de la température 122
III. Modèle I 132
IV. Etude de la diffusion 137
V. Conclusions 141

Chapitre VI 148

Conclusions et perspectives 148

A. Conclusion générale 149

B. Perspectives 153

Références bibliographiques 155

Annexes 164

Annexes 1: 165

Stabilité du polyester vis à vis de diffèrents solvants et produits chimiques 165

Annexe 2 : 167

Fiche technique de l'eccosorb 167

Annexes 3 : 168

Caractéristiques technique de la source micro-onde 168

Annexes 4 : 169

Données techniques concernant le Bleu Dianix ER 169
I. Données du color index 169
II. Données fournies par le fabricant 171

Annexes 5 : 174

Données techniques concernant le Rubine dianix SEB 174
I. Données du Color Index 174
II. Données du fabricant 176

Annexe 6 : 179

Données techniques concernant le Marine Dianix S2G 179
I. Données du Color Index 179
II. Données du fabricant 181

Annexe 7 : 184

Solidités aux lavages 184

Annexe 8 : 185

Fiche technique du Cyclanon Eco 185

Annexe 9 : 186

Courbes d'absorbance des trois colorants 186
I. Bleu dianix E-R 186
II. Rubine dianix SEB 187
III. Marine dianix S-2G 188

Annexe 10 : 189

Courbes d'étalonnge et équation des droites d'etalonnage 189

Annexe 11 : 190

Le spectrométre 2020 PL 190

I. Appareil 190

II. Utilisation sur échantillons blanchis 190

III. Utilisation sur échantillons teints 190

Annexe 12 : 192

Compléments graphiques 192

Liste des figures 198

GLOSSAIRE

AMP :

Analyses Mesure Pollution, société basée à Chaulnes, spécialisée dans l'étude et la quantification des pollutions en milieu aqueux et qui a financé le projet.

MO :

Micro-ondes.

PET :

Polyester, polyéthylène téréphtalate.

Tg :

Température de transition vitreuse, la transition vitreuse se caractérise par le changement d'état du polymère ou du matériau composite polymérisé, sous l'action de la température, et entraînant des variations importantes de ses propriétés mécaniques.
En dessous de Tg, le polymère est dit vitreux (état solide) et présente le comportement d'un corps solide élastique. Au dessus, il présente un comportement de solide plastique (comportement viscoélastique) suite à l'affaiblissement des liaisons intermoléculaires.

DSC :

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une technique qui mesure le flux de chaleur absorbé ou dégagé par un spécimen en fonction de la température ou du temps quand il est soumis à un programme de température contrôlé dans une atmosphère contrôlée.

PAT :

Produit auxiliaire textile, il s'agit de l'ensemble des agents qui peuvent être ajoutés au cours des traitements d'ennoblissement textile afin de faciliter ceux-ci.

SN2 :

Substitution nucléophile bimoléculaire, il s'agit d'un mécanisme réactionnel de chimie organique. La réaction de substitution nucléophile bimoléculaire est appelée ainsi car il s'agit d'une réaction en une étape, où deux réactifs réagissent; elle a donc une cinétique de second ordre.

Eccart CMC :

Le « COLOUR MEASUREMENT COMMITTEE of the Society of Dyers and Colourists » a proposé une équation de calcul d'écarts de couleurs dite CMC. Celle-ci est considérée, à l'heure

actuelle, comme l'une des meilleures approches concernant le problème des acceptations / refus. Les systèmes d'acceptabilité tels que CMC ou CIE94 qui définissent des volumes d'acceptabilité équivalent à ceux définis par la perception visuelle.

OBJET DE L'ETUDE

De part l'utilisation d'eau comme principal solvant et l'ajout de nombreux produits auxiliaires la possibilité d'utiliser les micro-ondes dans l'ennoblissement textile semble très intéressante.

Plusieurs études ont été menées dans cette voie au cours des années 70 et 80 [1], [2], [3], [4]. A l'exception de la machine Apolotex [5], [6] peu d'entre elles ont abouti à un développement industriel pour l'ennoblissement.

En ce qui concerne le séchage textile par micro-ondes, même si celui-ci reste marginal, celui-ci est surtout utilisé pour le séchage des fils et des tricots [7].

Depuis une dizaine d'années maintenant on constate un regain d'intérêt pour la technologie micro-onde en particulier dans le domaine de la chimie.
En effet, l'utilisation des micro-ondes permet d'avoir des réactions chimiques plus rapides, des stéréochimies intéressantes et parfois même de travailler sans solvant [8], [9], [11].

De plus, que ce soit à l'échelle laboratoire aussi bien qu'à l'échelle industrielle, la combinaison entre les micro-ondes et un type de chauffage plus conventionnel montre un grand intérêt [10].
En effet, en ce qui concerne le séchage textile ou la cuisson du pain dans l'industrie agroalimentaire la plupart des équipements sont aujourd'hui mixtes.

C'est dans cette optique que la société AMP a décidé d'étudier la possibilité de combiner l'énergie micro-onde pour réaliser des traitements textiles à la continue.

La première partie de ce rapport est consacrée à la bibliographie. Nous verrons tout d'abord les micro-ondes et leurs interactions avec la matière, puis nous dirons quelques mots du polyester (PET) et terminerons cette partie par une description des différents traitements d'ennoblissement textile, en développant davantage la teinture du polyester avec les colorants dispersés.

La seconde partie décrit le procédé d'ennoblissement textile et la ligne pilote que nous avons mis au point et les essais de faisabilité qui ont permis de valider cette étude.

La troisième partie s'intéresse plus particulièrement à la teinture du polyester avec les colorants dispersés sur la ligne pilote. Nous essayons ensuite de comprendre l'effet des micro-ondes sur la cinétique de teinture et de diffusion du colorant dans la fibre.

CHAPITRE I :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

A. LES MICRO-ONDES

I. INTRODUCTION

Longtemps réservées aux télécommunications et aux systèmes de navigation Radar, les micro-ondes connaissent depuis plusieurs décennies (1950-55) un développement dans les applications industrielles nécessitant soit un changement d'état de l'eau (décongélation, déshydratation notamment), soit une production d'énergie thermique. C'est Percy Spencer, lorsqu'il travaillait pour Raytheon à la construction de magnétron pour les radars, qui eut l'idée d'utiliser les micro-ondes pour leurs effets thermiques. Le développement de cette technologie s'explique par les nombreux avantages techniques qu'elle peut apporter tels que [12], [13] [14], [10] :

- gain de temps,
- souplesse et rapidité de mise en œuvre,
- possibilités de combinaison avec d'autres procédés thermiques,
- rendement énergétique accru,
- énergie non polluante,
- possibilité d'automatisation,

Cependant, en regard de ces grandes potentialités, les applications industrielles des micro-ondes sont rares. La lenteur du développement des procédés sous champs micro-ondes dans le milieu industriel, peut être expliquée par des motifs d'ordres fondamentaux, technologiques et conjoncturels. En effet, il y a peu d'appareillages spécifiques disponibles dans le commerce et le coût d'investissement du kilowatt installé est très élevé. En effet, des études montrent que les installations micro-ondes coûtent en moyenne un à trois milles Euros par kilowatt installé. De plus, le chauffage micro-onde est plus complexe en comparaison aux modes de chauffage classiques [15].

En effet, la technologie micro-onde englobe plusieurs disciplines et présente une fragmentation de sujets tels qu'électromagnétisme, propriétés des matériaux, manufacture des équipements spécialisés... L'utilisation de la technologie micro-onde exige donc une approche interdisciplinaire associant spécialistes des micro-ondes, de la chimie, des matériaux, ainsi que d'autres professionnels, des conditions qui ne sont pas toujours réalisables. De plus, le passage de l'échelle laboratoire à l'échelle industrielle est souvent difficile et compliqué.

Pourtant, dans de nombreux cas, il a été montré que les micro-ondes et le chauffage électromagnétique en général apportent une amélioration des vitesses de production, de la qualité et une réduction des pertes de produit, ou encore permet le chauffage là où les méthodes conventionnelles ont échoué [16].

Tous ces avantages peuvent séduire de nombreux secteurs industriels pour lesquels la fabrication et les traitements sont majoritairement basés sur des procédés de chauffage. Or, malgré ces grandes potentialités, on trouve peu d'appareillages utilisant les micro-ondes dans l'industrie. Ceci peut s'expliquer par :

- le coût encore élevé du kilowatt installé.
- la résistance au changement de la part des industriels et la méconnaissance des ondes hautes fréquences.
- l'apport d'énergie par les micro-ondes est différent de celui transféré par un chauffage conventionnel. Il affecte toutes les particules du matériau. L'onde électromagnétique a, de plus, la propriété de véhiculer une énergie qui est directement déposée au cœur de la matière pour y être dissipée sous forme de chaleur. L'amplitude de l'énergie transférée et dissipée dépend des propriétés du matériau soumis au rayonnement, de la fréquence et de la puissance de travail.

Devant la possibilité de chauffer un liquide quasiment jusqu'à ébullition en moins d'une minute tout en récupérant un récipient à peine tiède, le chimiste ne pouvait rester indifférent.

II. GENERALITES SUR LES ONDES ELECTROMAGNETIQUES

1. Introduction

Les ondes électromagnétiques, comme n'importe quelle onde, sont caractérisées par leur longueur d'onde et leur fréquence. Chaque type de rayonnement électromagnétique est caractérisé par une gamme de fréquence comme le montre la figure suivante [17].

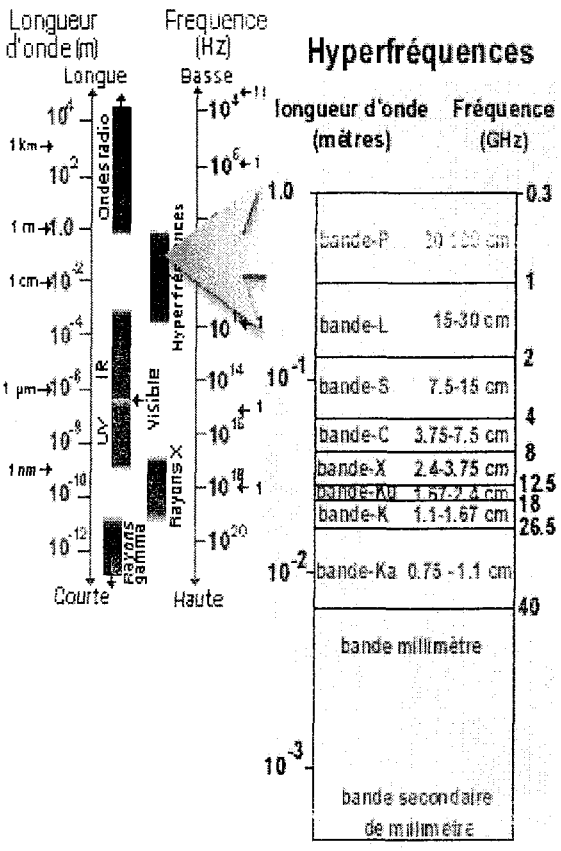


Figure 1: Spectre électromagnétique [17]

Dans le spectre électromagnétique, les micro-ondes (ou hyperfréquences) occupent une bande passante de trois décades, de 300 MHz à 300 Ghz. Les longueurs d'ondes associées s'étalent de 1 mm à 1 m.

2. Profondeur de pénétration

La pénétration d'une onde dans un matériau est de l'ordre de sa longueur d'onde [18]. Ce qui signifie que:

- la pénétration des micro-ondes s'exprime en cm ou dm,
- celle des ondes de plus basses fréquences (Haute Fréquence, Moyenne Fréquence et Basse Fréquence) s'exprime en m,
- les ondes lumineuses et infra - rouge ne pénètrent que de quelques microns à l'intérieur du matériau.

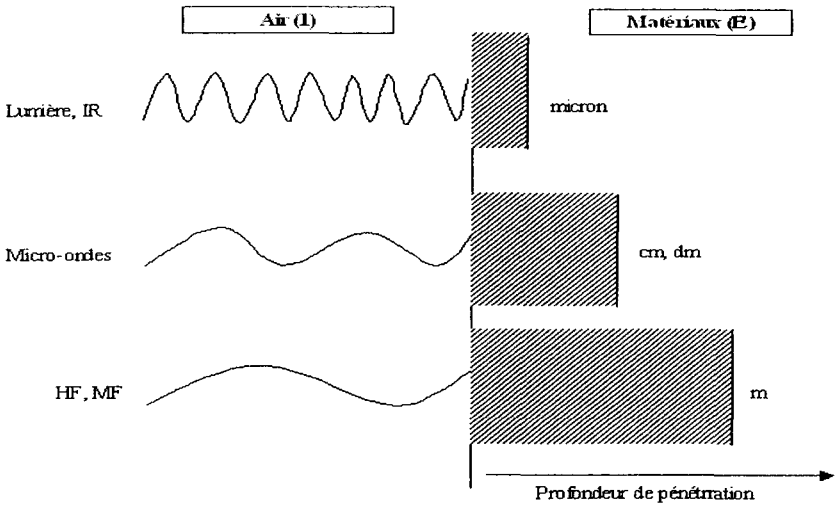


Figure 2: profondeur de pénétration des ondes

Les micro-ondes ont donc un couplage optimal avec des objets allant de quelques millimètres à plusieurs centimètres d'épaisseur. Pour les matériaux de quelques millimètres d'épaisseur, un réflecteur peut être placé sous les matériaux afin d'augmenter la puissance reçue par ceux-ci. Pour que ce couplage soit efficace, des caractéristiques techniques tenant compte de la longueur d'ondes des micro-ondes utilisées sont à respecter.

3. Les différents modes de chauffage

Les différents types d'ondes seront employés en fonction des effets que l'on souhaite obtenir sur le matériau à traiter. Le chauffage par les énergies radiantes est aujourd'hui très répandu, la longueur d'onde et donc le type d'énergie utilisée dépend, à la fois, du type de traitement et du type de matériaux à traiter.

Technologie	***Applications***
Air chaud	Action à la surface des matériaux Efficacité optimale lorsqu'il est combiné avec les infrarouges
Hautes fréquences	Transfert instantané de l'énergie dans le matériau Grande homogénéité du traitement et rendement énergétique élevé
Micro-ondes	Mêmes performances que les hautes fréquences, mais pénétration plus faible au coeur des matériaux
Infrarouge	Transfert direct de l'énergie à la surface du matériau Densité de puissance et vitesse de traitement élevées Possibilité de pilotage de grande précision.

Technologie	*Applications*
Ultraviolet	Idéal pour la polymérisation, réticulation ou stérilisation des matériaux conçus pour subir ce traitement.

III. LES MICRO-ONDES

Les micro-ondes peuvent être porteuses d'informations, elles seront alors utilisées dans les systèmes de télécommunications, et autres, ou comme simple vecteur d'énergie. Afin d'éviter tout problème d'interférence, l'Union Internationale des Télécommunications définit des fréquences autorisées pour le domaine scientifique, industriel et médical: 433,9 ; 915 ; 2450 et 5800 MHz. La fréquence de 2450 MHz est la plus répandue, c'est la fréquence du four micro-onde domestique.

1. Appareillage

Il existe de nombreux moyens de produire des micro-ondes, mais deux d'entre eux sont particulièrement utilisés: le klystron et le magnétron. Le klystron est plutôt utilisé pour les télécommunications et c'est le magnétron qui reste préférentiellement employé dans l'industrie. [19], [20], [21], [13], [14], [16]

a. Le magnétron

Le magnétron peut se voir comme le véritable « coeur » du four à micro-ondes. Il s'agit en effet du moyen de production par excellence de ces ondes. Nous allons montrer ici sa structure et son utilité.

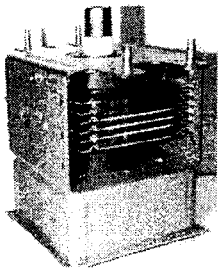


Figure 3: un magnétron

Structure d'un magnétron:

Le magnétron se compose d'un cylindre creux, fermé par deux aimants permanents ou électro-aimants.

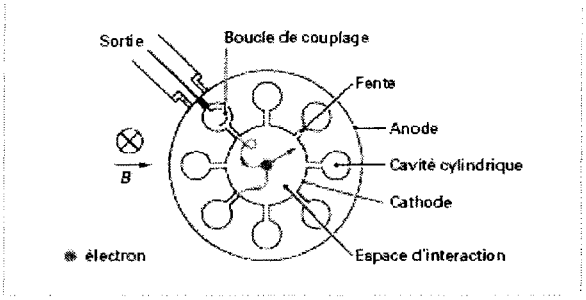


Figure 4 : schéma d'un magnétron [19]

A l'intérieur du cylindre, on distingue la cathode, constituée d'un filament hélicoïdal en tungstène, de l'anode, qui comprend plusieurs cavités résonantes. Ces cavités peuvent présenter diverses formes.

L'espace (*quelques millimètres*) entre la cathode et l'anode servant d'espace d'interaction, il y règne un vide poussé.

Le bloc de l'anode est muni d'un système de refroidissement par ailettes ou par circulation d'eau.

La cathode, chauffée, émet des électrons qui sont attirés vers l'anode par l'action du champ électrique appliqué entre les électrodes (cathode et anode sont polarisées respectivement négativement et positivement). La présence du champ magnétique, perpendiculaire au champ électrique impose aux électrons une trajectoire circulaire.

Lorsqu'une partie de ceux-ci atteignent l'anode, ils donnent naissance à un courant de conduction anodique qui provoque un début d'oscillation des cavités à la fréquence souhaitée compte tenu des dimensions de ces cavités. L'espace au voisinage des cavités est alors modifié par l'apparition d'un champ électrique oscillant : les électrons passant à proximité de ces cavités seront accélérés ou ralentis suivant l'orientation du champ électrique oscillant.

Les électrons accélérés retournent vers la cathode en empruntant de l'énergie au champ oscillant (en s'écrasant sur la cathode ils contribuent au chauffage de celle-ci et expulsent des électrons). Les électrons ralentis continuent leur trajet vers l'anode en cédant une partie de leur énergie cinétique au champ oscillant. L'énergie cinétique cédée étant plus importante que l'énergie demandée, les oscillations s'entretiennent d'elles-mêmes. L'excédent d'énergie est extrait et envoyé sur une sortie

où il prend la forme d'une onde électromagnétique. Environ 75% de l'énergie électrique est transformée en énergie électromagnétique.

b. Les autres composants

Pour les fréquences élevées (gamme des micro-ondes), le transport d'énergie s'effectue à partir d'un guide d'onde. Un guide d'onde se présente sous forme d'un tube métallique dans lequel l'onde et l'énergie se propagent dans le diélectrique intérieur. La section peut être circulaire, rectangulaire, elliptique. Dans la majeure partie des applications industrielles, la section est rectangulaire. Le mode de propagation de l'énergie dans un guide d'onde est caractérisé par la distribution des champs électriques et magnétiques à laquelle est associée la distribution des courants circulant dans les parois internes du guide d'onde.

Concrètement, un guide d'ondes est un tuyau métallique rectiligne dont la forme est adaptée selon les besoins de l'utilisateur. Les ondes se propagent par réflexions successives sur les parois. Les dimensions à respecter pour ces guides d'ondes sont strictes, car elles dépendent de la longueur d'onde utilisée.

Par exemple, à 2 450 MHz, le standard utilisé en Europe est le WR 340, de dimensions intérieures : 86,36 mm × 43,18 mm ; la fréquence de coupure est 1 735 MHz.

2. Les différents effets des micro-ondes

Les traitements micro-ondes utilisent les interactions onde/matière qui peuvent être à l'origine de deux effets [22], [23], [24], [25], [13], [15] :

- des effets thermiques, facilement estimés par des mesures de température,
- des effets spécifiques non purement thermiques.

a. Les effets thermiques

i. Introduction

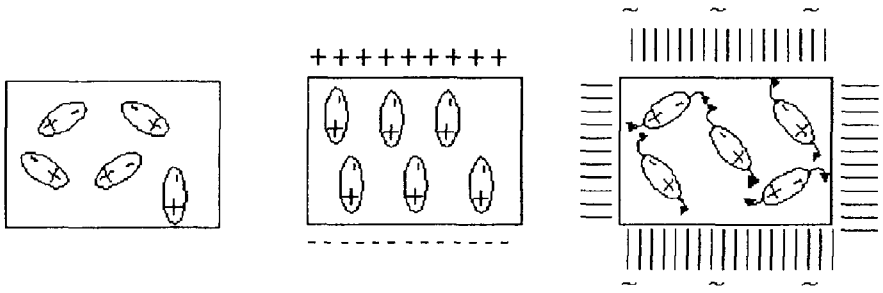
L'échauffement sous champ micro-onde d'un matériau diélectrique est dû à la dissipation en chaleur d'une partie de l'énergie du champ électromagnétique. En résumé, l'action d'un champ électromagnétique sur un matériau se traduit sous la forme d'une série de transformations d'énergie

suivantes:

Energie électrique ⟶ Energie mécanique ⟶ Energie thermique

ii. Les effets thermiques

Les effets thermiques peuvent résulter du phénomène de polarisation dipolaire qui n'est autre que la conséquence des interactions dipôle - dipôle entre les molécules polaires et le champ magnétique. Ces effets résultent d'agitations et de frictions intermoléculaires quand les dipôles changent d'orientation à chaque alternance lorsqu'ils sont soums à un courant alternatif de haute fréquence [26], [27], [16].



a: sans contrainte électrique
b: soumis à un champ électrique continu
c: soumis à un champ électrique alternatif de haute fréquence

Figure 5 : Effet du champ électrique environnant sur l'orientation des dipôles

Contrairement au chauffage conventionnel, la dissipation de l'énergie au cœur de la matière conduit à un échauffement interne de la masse qui peut être intense (10 °C/s) et à une répartition plus homogène de la température au sein du matériau [16].

En ce qui concerne les liquides, on constate que, plus les molécules sont polaires, meilleure est l'interaction onde - matériaux. Au contraire, les solvants non polaires qui interagissent faiblement avec le champ chauffent peu.

Dans le cas d'une absorption efficace des micro-ondes (solvants polaires), il a été montré que les températures d'ébullition des solvants irradiés sont plus élevées que celles obtenues par chauffage conventionnel. Ce phénomène, appelé « superheating » n'est autre qu'une conséquence du retard à l'ébullition sous irradiation micro-onde. En effet, le nombre de sites de nucléation (création de bulles) est moindre car la température extérieure est très inférieure à celle de l'intérieur du liquide à l'inverse du chauffage classique [28], [29], [30].

Solvant	*Chauffage classique*	*Irradiation micro-ondes*	*Différence*
Eau	100	105	5
Butan-1-ol	117	138	21
Butan-2-ol	98	127	29
Méthanol	65	84	19
Pentan-1-ol	136	157	21
Heptan-1-ol	176	208	32
Acétone	56	89	33
Acétate d'éthyle	77	102	25
Tétrahydrofurane	67	103	36
Acetonitrile	85	120	38

Figure 6 : Températures d'ébullition de quelques solvants polaires (°C) [28], [29], [30]

Les résultats résumés dans ce tableau montrent une différence parfois importante entre les températures d'ébullition obtenues par les différents modes d'activation (Chauffage classique ou four multimode d'une puissance de 650W). En effet, cette variation peut atteindre 38°C comme dans le cas de l'acétonitrile.

Ce phénomène de « superheating » est le plus fréquemment observé lors de l'utilisation des réacteurs multimode domestiques et en absence d'agitation. En effet, une bonne agitation mécanique, comme l'utilisation de pierres ponces, permet généralement d'éliminer les effets de « superheating ».

b. Temps d'échauffement

La transformation de l'énergie électrique en énergie thermique se faisant à l'intérieur du matériau, les temps de montée de la température sont très rapides avec les micro-ondes et le démarrage est immédiat (tangente oblique) contrairement aux autres procédés d'échauffement classiques (tangente horizontale) [18].

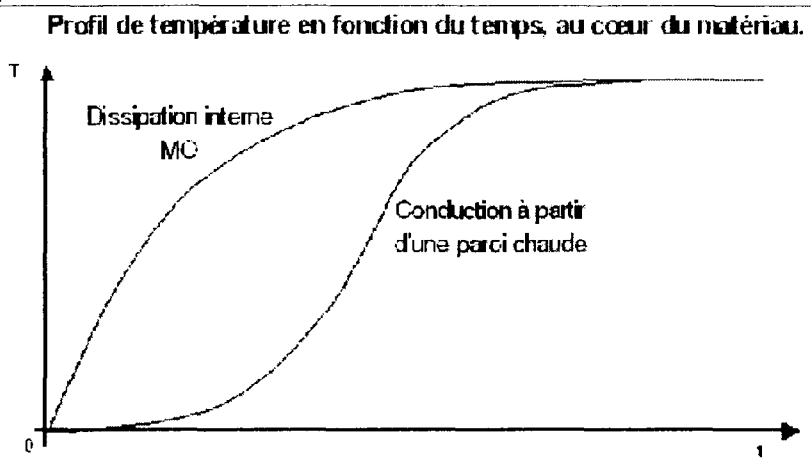


Figure 7 : profil de chauffage d'un matériaux au cours du temps selon qu'il est chauffé par conduction ou par micro-onde [18]

c. *Le cas de l'eau*

Lorsqu'un matériau est placé dans un champ électrique alternatif, les molécules polaires ou polarisables qu'il contient tendent à osciller à chaque inversion du champ entre deux positions d'équilibre. Le travail engendré par ces mouvements d'oscillations provoque l'échauffement du matériau sans qu'il y ait besoin d'apport de chaleur par contact et convection.

Cependant, toutes les molécules n'ont pas une structure propre à osciller et à entrer en vibration à la fréquence considérée. La polarité des liaisons O-H et la géométrie de la molécule génèrent un moment dipolaire élevé qui permet à la molécule d'eau d'entrer en vibration lors d'un traitement micro-ondes.

Or la plupart des matériaux contiennent plus ou moins d'eau et ne sont donc pas inertes lors d'un traitement micro-ondes. Les micro-ondes nous donneront donc un chauffage du matériau, ceci grâce aux molécules d'eau et avec cependant quelques restrictions :

- Le matériau ne devra présenter que de faibles pertes diélectriques,
- Les métaux ne peuvent bénéficier que d'un surchauffage surfacique car les micro-ondes ne se propagent pas à l'intérieur du métal (profondeur de pénétration de l'ordre de quelques microns),
- L'eau chargée de sel ne réagira pas de la même façon que l'eau pure, le sel la rendant plus polarisable.

d. *Les effets spécifiques*

Les origines des effets spécifiques non purement thermiques (autres qu'un chauffage diélectrique) des micro-ondes ont été longtemps discutées. En considérant que l'accélération d'une réaction doit se refléter dans l'équation d'Arrhenius qui régit la cinétique d'une réaction, chacun des termes de cette loi est susceptible d'être affecté par les micro-ondes.

$$\mathbf{K = A \exp (-\Delta G^*/RT)}$$

i. Modification de A

Le facteur pré-exponentiel A est caractéristique de la probabilité de rencontre des molécules. En effet, l'efficacité des chocs moléculaires peut être influencée par l'orientation des molécules polaires évoluant dans le milieu. Etant donné que ce facteur est étroitement lié aux fréquences de vibration des atomes à l'interface de la réaction, il serait possible d'envisager que le champ micro-onde puisse affecter celle-ci [31].

Binner et *coll.* ont vérifié cette hypothèse lors de la synthèse du carbure de titane:

$$TiO_2 + 3\,C \longrightarrow TiC + \overbrace{2\,CO}$$

L'utilisation des micro-ondes semble favoriser une augmentation du facteur A alors qu'une faible variation de ΔG^* est observée.

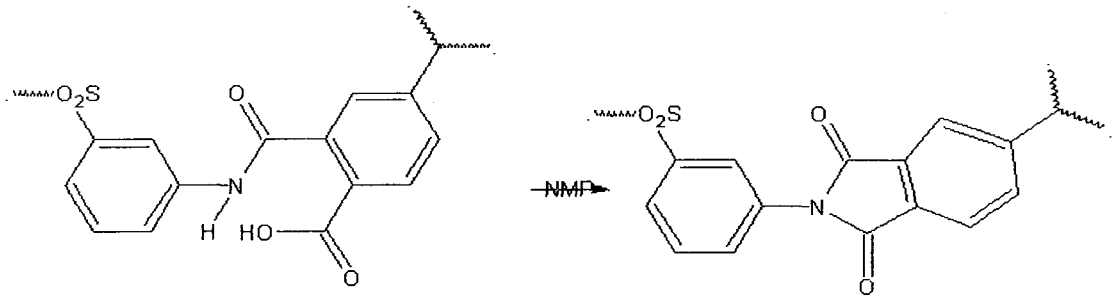
ii. Modification des paramètres d'activation

La diminution de l'énergie d'activation est souvent considérée comme le principal effet. Cette énergie ΔG^* se décompose en deux contributions, enthalpique et entropique, selon l'équation:

$$\mathbf{\Delta G^* = \Delta H^* - T\Delta S^*}$$

Sous l'effet du champ électrique, il y a une organisation préalable des systèmes polaires (polarisation dipolaire) qui entraîne une diminution de l'entropie d'activation ΔS^* (caractéristique du désordre). Ainsi des mesures cinétiques ont montré que les réactions peuvent être très nettement accélérées sous champ micro-onde par comparaison au chauffage traditionnel [32], [33].

Exemple 1: Réaction unimoléculaire d'imidation dans la *N*-méthylpyrrolidone



NMP = *N*-méthylpyrrolidone

Figure 8 : Equation de la réaction unimoléculaire d'imidation dans la N-*méthylpyrrolidone*

Sous champ micro-onde, l'énergie d'activation est fortement diminuée et, par conséquent, on observe une importante accélération de la réaction.

Mode d'activation	ΔG^* ***(kJ/mol)***
MO	57 ± 5
Chauffage classique	105 ± 14

Figure 9 : Energie d'activation pour la réaction d'imidation

Exemple 2: Transformation du 2-^{t}butylphénol en présence de montmorillonite KSF

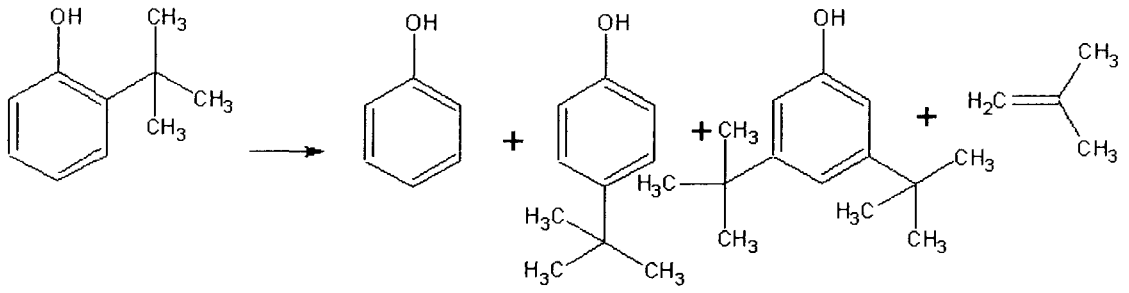


Figure 10 : Equation de la ransformation du 2-^{t}butylphénol en présence de montmorillonite KSF

T (°C)	K° MO*10³ sec⁻¹	K° Δ*10³ sec⁻¹	K° MO/Δ
22	1,5	0,007	21,6
75	3,2	7,1	2,7
105	10,3	7,1	1,5
198	21,0	20,0	1,1

Figure 11 : Paramètres cinétiques (K°) en fonction de la température pour la réaction du 2-^{t}butylphénol sous micro-ondes (MO) ou chauffage classique (Δ)

On remarque qu'à haute température, les constantes de vitesse sont proches quel que soit le mode d'activation. Dans ces conditions, les effets des micro-ondes ne sont pas appréciables. Par contre, à des températures plus basses, on peut voir apparaître les effets de micro-ondes.

iii. Températures locales

Dans le cadre de la théorie de point chaud, l'activation micro-onde pourrait être à l'origine de points chauds (Températures locales très élevées au niveau microscopique) générés par la relaxation diélectrique au niveau moléculaire [32].

IV. MICRO-ONDES ET MILIEU POREUX

1. Introduction

Les textiles quelque soit la forme sous laquelle ils se présentent (bourre, filé, tissu, tricot, non-tissé...) ne sont pas des milieux homogènes. En effet, ceux-ci contiennent des nombreux pores dont la taille et le nombre varient beaucoup en fonction du type de support.

Les interactions entre les micro-ondes et les milieux poreux sont donc complexes. En effet, le chauffage micro-onde induit une répartition de l'humidité dans le milieu poreux qui est complexe et radicalement différent du chauffage par convection [34].

2. Le séchage d'un milieu poreux sous champ micro-onde

a. Introduction

La théorie et les équipements de chauffage micro-onde ont été développés avec l'apparition des générateurs micro-ondes dans les années quarante. Depuis les nombreux avantages du séchage micro-onde ont pu être mis en évidence :

- démarrage immédiat, augmentation des vitesses de production, réduction des coûts des produits et de la main d'œuvre,

- la température plus élevée au cœur du matériau qu'à la surface produit une augmentation du gradient de pression qui pousse la vapeur vers la surface,

- chauffage et séchage sélectifs lié à des pertes diélectriques plus importantes de l'eau comparé au produit à sécher,

- séchage complet des matériaux humides de basse conductivité thermique,

- des économies d'énergie peuvent être réalisée grâce au séchage rapide et aux propriétés inhérentes de non – chauffage de l'environnement,

- le chauffage électromagnétique est non – polluant et automatisable. [35]

b. Le séchage des milieux poreux

Les mouvements des phases liquides et du gaz dans un média poreux lorsqu'il est séché sont généralement décrits par une convection liquide par suite des forces capillaires, une diffusion de la vapeur d'eau dans la phase du gaz par suite des gradients de concentration de vapeur et une convection de phase du gaz en raison des gradients de pression totaux.

Une des spécificités du processus de séchage à micro-ondes est le type de chauffage du matériau. L'énergie électromagnétique est principalement absorbée par l'eau liquide par suite de son facteur de perte élevé comparé avec celui de produit sec.

De là, le chauffage se produit dans le matériau entier instantanément quand les micro-ondes sont appliquées. Ainsi, la conductivité thermique devient sans importance.

Considérant le séchage conventionnel, le flux d'humidité interne est généralement lié au flux liquide conduit par des forces capillaires et le flux de vapeur par la diffusion.

Avec le chauffage diélectrique, deux autres mécanismes résultant de la vaporisation interne d'humidité peuvent être importants :

- le flux de filtration de la phase liquide : il est causé par la haute pression du gaz produit dans les régions des pores,

- le flux de convection de la phase gazeuse en raison de la pression d'excès créé quand l'humidité passe à l'état pendulaire [36], [37].

L'état pendulaire se définit par un état intermédiaire du séchage pour lequel la surface est insaturée de liquide (îlots de liquide) par opposition à l'état funiculaire ou le liquide forme une phase continue.

Un effet de pompage semble pousser l'eau de l'intérieur de la matière à la surface séchée. Cet effet, qui est causé par l'accumulation de pression interne, peut être utilisé au grand avantage dans l'amélioration de la migration d'humidité à travers la matière pendant le séchage. Il devrait être noté qu'en raison des températures plus hautes et des pressions, il y a un risque plus grand de causer des dommages physiques ou mécaniques à la matière [38], [39], [40].

Aujourd'hui, dans de nombreux cas, on utilise une combinaison entre plusieurs modes de chauffage, Micro-onde et infra-rouge ou micro-onde et air pulsé... Ces combinaisons sont intéressantes car elles permettent d'additionner les avantages des deux énergies tout en atténuant les inconvénients [3], [40].

Ces phénomènes sont également constatés pour le séchage des textiles [3]. Ainsi pour le séchage du coton, on constate un chauffage uniforme sur toute la surface après la montée en température. On est localement à la température d'ébullition de l'eau et il se crée localement des surpressions au niveau des pores. Cette pression évolue comme l'humidité, c'est-à-dire que celle-ci diminue en même temps que le tissu sèche. On constate que le séchage est identique sur toute la longueur et l'épaisseur du support.

En conclusion, l'utilisation des micro-ondes pour le séchage du coton permettrait l'absence de gradient d'humidité sur le support avec une bonne uniformité [41].

Les micro-ondes semblent donc pouvoir apporter de nombreux avantages aux traitements des textiles. Nous allons voir dans le chapitre I.C comment les micro-ondes ont été utilisées dans l'ennoblissement au cours du temps, puis nous nous intéresserons plus particulièrement à l'utilisation des micro-ondes pour l'ennoblissement du polyester.

B. LE POLYESTER

I. HISTORIQUE

Les premiers travaux sur les fibres de polyester ont été réalisés en 1928 par W.H. Carothers pour Du Pont. Il a abandonné ses travaux au profit du Nylon qui semblait plus prometteur à l'époque. La première fibre de polyester à proprement parler a été synthétisée par J.R. Whinfield et J.T. Dickson pour Calico Printers Ass., mais à cause de la seconde guerre mondiale entre autre, les premiers fils de polyester n'ont été commercialisés qu'en 1948 par Imperial Chemical Industries, Ltd. (I.C.I.). [97], [73]

II. COMPOSITION CHIMIQUE

La fibre de polyester la plus commune est le Polyéthylène Téréphtalate. Elle est obtenue [74] :

- soit par polycondensation (trans-estérification) du Diméthyl-tera-phtalate avec l'éthylène-glycol,
- soit par réaction directe de l'acide téréphtalique avec l'éthylène-glycol.

La seconde méthode est plus simple et économique. Cependant, la première reste la plus employée car l'acide téréphtalique est difficile à purifier.

Le degré de polymérisation du polyéthylène téréphtalate ainsi obtenu est compris entre 80 et 150.La masse moléculaire moyenne du PET est de 20 000 à 27 000.

III. FILAGE DU POLYESTER

1. Le filage

Cette opération permet d'obtenir, à partir d'un polymère, un filament continu. Le polyester, à l'état fondu, est filtré, puis passé sous pression à travers une filière composée d'une plage de 7 à 100 trous, pour l'obtention de filaments continus. Pour la fabrication de filaments discontinus, la filière est composée d'une plage de 300 à 800 trous à plusieurs milliers d'orifices calibrés.

Les fibres produites ont alors l'aspect de longs rubans, dont la section transversale aura une forme analogue à celle des trous de la filière utilisée, circulaire ou multilobée (Triangle, croix, étoile, etc.).

A leur sortie de filière les filaments sont refroidis par un courant d'air froid, puis réunis et

ensimés. Les filaments sont réunis par un système de convergence et déposés sur des bobines ou dans des pots. Le taux d'étirage entre la sortie de filière et la fin du refroidissement est en général compris entre 200 et 400 % (jusqu'à 600 % pour les fibres hautes performances). [75]

2. L'étirage

Les fils issus du processus de filage ne présentent pas les caractéristiques d'orientation et de cristallinité suffisantes pour obtenir les propriétés recherchées. Pour donner aux fibres toutes leurs qualités, les fils doivent être étirés à chaud par passage sur une plaque chauffante.

L'étirage doit se faire à une température supérieure à la température de transition vitreuse. On choisit en général des températures comprises entre 80 et 100 °C pour les fibres faiblement orientées. Pour les fibres fortement orientées les températures sont généralement de 30 °C supérieures. On atteint des valeurs d'étirage allant jusqu'à 4 et 5 voire 6 pour les fibres hautes performances. [73]

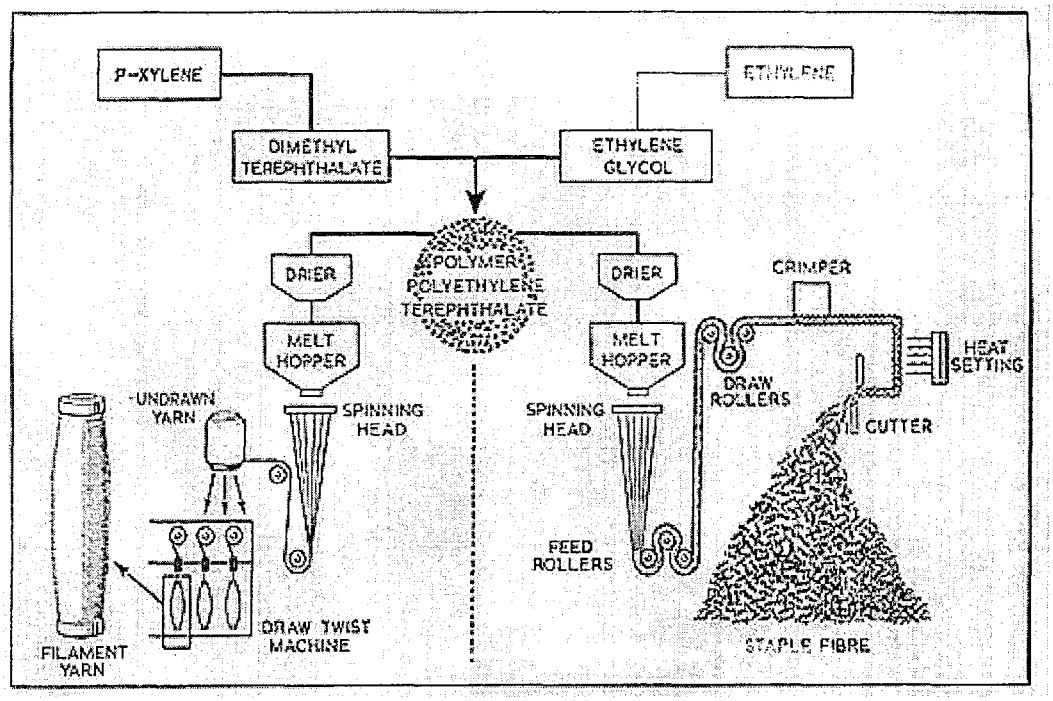


Figure 12 : Schéma de production de la fibre de PET [75]

IV. STRUCTURE DU POLYESTER

La fibre de polyester est donc composé de zones où les molécules, grâce à l'intervention de liaisons faibles de type Van der Waals, sont disposées régulièrement les une par rapport aux autres

dans un réseau tridimensionnel régulier. Ce sont les zones cristallines. La forme cristalline la plus courante est celle d'une maille triclinique (Figure 13).

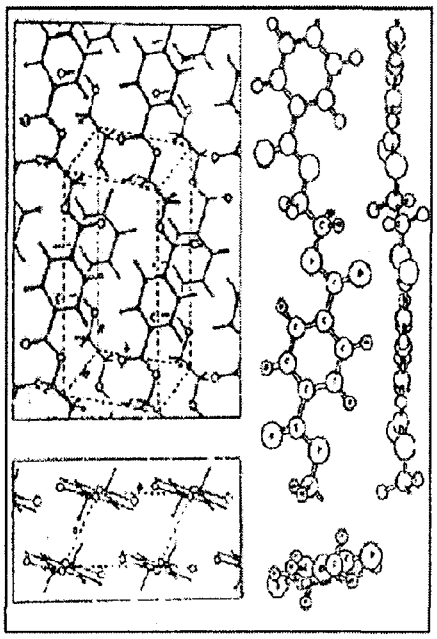


Figure 13 : Maille cristalline du polyester

La fibre de polyester est donc composée de zones cristallines et de régions où les molécules sont disposées de façon désordonnée, ce sont les zones amorphes. A l'échelle microscopique, il y a une continuité entre l'état amorphe et l'état cristallin. Une chaîne macromoléculaire évolue ainsi d'une région à une autre comme le montre la figure 14.

Figure 14 : Chemin d'une chaîne macromoléculaire au sein d'une fibre de PET [73]

Au sein de ces zones amorphes, les chaînes moléculaires sont plus où moins orientées. Prévorsek propose ainsi une représentation schématique de la structure de la fibre de PET. Dans son modèle, il distingue trois types d'arrangement entre les molécules [73] :

- les zones cristallines,
- les zones purement amorphes,
- les zones amorphes orientées

En effet, la fibre de polyester a une structure fibrillaire. L'alternance de zones cristallines et de zones amorphes constitue des micro-fibrilles. Les zones amorphes orientées se situent entre ces micro-fibrilles [76].

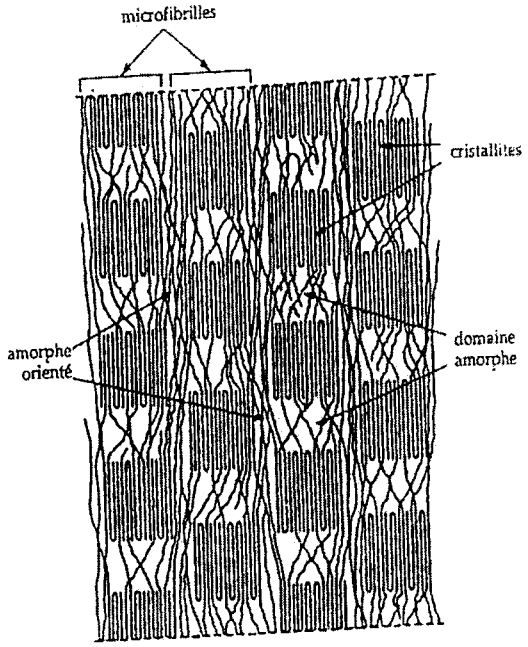


Figure 15 : Représentation de la structure du polyester par Prevorsek.

Les propriétés physiques comme tinctoriales du PET dépendent fortement de la structure de la fibre, de son taux de cristallinité, de l'orientation des molécules, c'est à dire de la façon dont elle aura été élaborée [74].

En effet, la connaissance de l'orientation des molécules, en particulier dans les zones amorphes, est importante pour la compréhension des mécanismes de teinture. Par élévation de la température, les chaînes des zones amorphes sont plus mobiles et leur orientation diminue ce qui permet d'augmenter la vitesse de diffusion des colorants et d'avoir une meilleure répartition de celui-ci [77].

De même, les propriétés des fibres de polyester dépendent fortement de la structure des fibres. Celle-ci dépend largement des paramètres utilisés lors de leur fabrication, tels que la vitesse de filage, l'étirage à chaud, texturation, etc....

V. PROPRIETES DU POLYESTER

1. Propriétés chimiques

Le polyester présente une bonne stabilité vis à vis des acides minéraux faibles, même à chaud. De même, il possède une bonne résistance aux acides forts, à température ambiante. Seuls l'acide sulfurique et l'acide nitrique concentrés à chaud dissolvent ou détruisent le polyester.

L'action d'une base alcaline concentrée à chaud permet d'hydrolyser le polyester en surface. Cette attaque alcaline est utilisée en ennoblissement afin d'améliorer le toucher et l'hydrophilité des supports textiles en polyester.

L'ammoniaque et d'autres bases organiques tels que la méthyle amine, peuvent entrer dans la fibre (initialement dans les zones amorphes) et provoquer une dégradation des liaisons ester. Ce qui a pour conséquence, une altération des propriétés mécaniques du PET.

Les agents oxydants, tels que l'eau oxygénée ou l'eau de javel (utilisées pour le blanchiment) et réducteur tel que l'hydrosulfite de sodium peuvent provoquer une légère dégradation de la fibre.

Le polyester présente une excellente résistance aux solvants de nettoyage et de dégraissage tels que l'hexane, le benzène, le toluène, le perchloréthylène, le trichloréthylène le chlorobenzène ou le dichlorométhane, etc. et aux tension-actifs. Seuls les dérivés aromatiques chlorés et nitrés à point d'ébullition élevé, les phénols et la N-méthylpyrolidone ont le pouvoir de dissoudre les fibres de polyester sous l'effet de la chaleur.

Le tableau en annexes 1 donne le comportement du polyester vis à vis de différents solvant et produits chimiques.

2. Propriétés thermiques et mécaniques

Le polyester étant un polymère thermoplastique, il peut subir une déformation permanente à des températures élevées.

Les propriétés thermiques des fibres de polyester dépendent dans une certaine mesure de leur procédé de fabrication. Comme tout polymère semi-cristalin, le polyester possède deux transitions thermiques principales [76], [77], [78], [79] :

- la transition vitreuse, qui est caractéristique de la zone amorphe et dont la température (T_g) se situe généralement aux alentours de 80 °C. Comme le montre le graphique ci-dessous (figure 16), celle-ci est fortement dépendante du taux de cristallinité de la fibre,

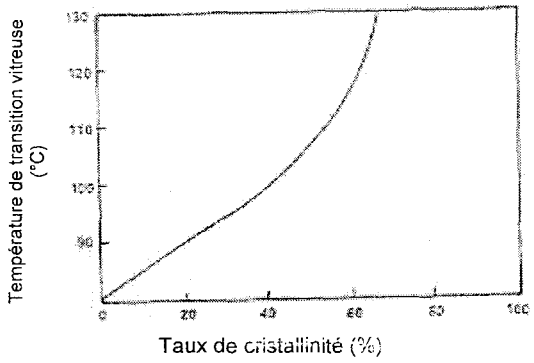


Figure 16 : Température de transition vitreuse du PET en fonction de son taux de cristallinité [76]

De plus, la cristallinité et donc la température de transition vitreuse sont fortement dépendantes de l'étirage et de la thermofixation des textiles. En effet, pour les fibres non – orientées la Tg grimpe jusqu'à 100°C après thermofixation, elle peut même atteindre 125°C si la fibre est amenée avant thermofixation à un état semi-cristallin orienté par étirage. La figure ci-dessous présente la Tg de la fibre de PET en fonction de la température de thermofixation pour une fibre pré-orientée (TA) et non-orientée (FA).

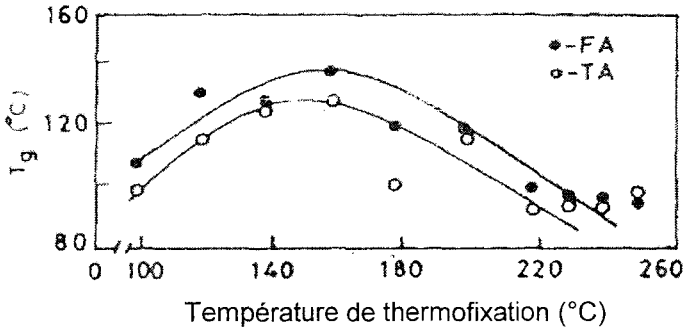


Figure 17 : Température de transition vitreuse des fibres de PET en fonction de la température de thermofixation [73]

De plus, il existe plusieurs méthodes pour déterminer cette température de transition vitreuse et celle-ci peut donc varier en fonction de la méthode employée. Ainsi le graphique ci-dessus a été obtenu DCS.

Dans la littérature plus récente on trouve également la température de transition vitreuse d'un granulé de PET à 78°C, cette température ayant été mesurée par DSC. Pour une fibre étirée, Tg est évaluée à 120°C déterminé par la mesure des pertes dynamique. [80]

- La deuxième transition est la fusion qui se rapporte à la phase cristalline, dont la température (T_f) s'étale de 252 °C à 264°C en fonction de l'orientation et du taux de cristallinité des fibres.

- La dernière transition est irréversible, elle concerne la dégradation des chaînes

macromoléculaires et elle commence aux environ de 284°C

Les fibres de polyester absorbent peu d'eau, et il n'y a pas de changements significatifs de leur résistance mécanique quand elles sont mouillées. Le taux de reprise légale de la fibre est approximativement de 0,4 % à 65 % d'humidité relative et à 20 °C. Grâce à cette faible capacité à absorber l'eau, le polyester sèche rapidement. [95]

Le polyester est un polymère thermoplastique et en conséquence, les propriétés mécaniques de ses fibres varient en fonction de la température.

Ainsi, les filaments rétrécissent quand ils sont chauffés, aussi bien dans l'eau que dans l'air. Et les fils de haute ténacité rétrécissent plus que ceux de ténacité moyenne. Les fils de moyenne ténacité ont un retrait d'environ 6 % dans l'eau bouillante, mais seulement de 3 % à l'air chaud pour une même température. Ces différences sont également constatées à des températures plus élevées, par exemple à 140 °C, le retrait est de 10 % dans l'eau ou en atmosphère de vapeur saturée et de 8 % dans l'air sec.

De nombreux fils et la plupart des fibres courtes que l'on trouve sur le marché ont subit une traitement de stabilisation thermique au cours de leur fabrication, ou des traitements subséquents, c'est pourquoi leur retrait peut être plus faible que ceux cités ci-dessus. Si, cependant, la température de thermofixation est atteinte ou dépassée au cours des traitements ultérieurs, le retrait sera de nouveau observé.

Le polyester possède également un haut module élastique, une forte résistance à la pliure et retrouve facilement sa forme initiale, un fluage négligeable sous les faibles élongations auxquelles les fibres sont soumises dans les usages courants et une bonne résistance à l'abrasion.

Certaines variantes de fibres courtes ont une résistance à l'abrasion plus faible qu'habituellement, mais cette propriété a été délibérément produite afin de conférer à la fibre une plus faible propension à la formation d'une pilosité à la surface au cours de son utilisation.

C. L'ENNOBLISSEMENT DES TEXTILES

I. INTRODUCTION

1. L'ennoblissement textile

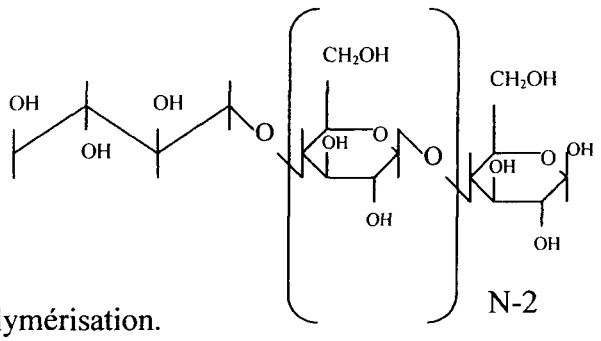
L'ennoblissement textile regroupe l'ensemble des traitements que l'on peut faire subir à un textile afin d'améliorer son aspect ou ses propriétés. Ce secteur se divise en trois parties : les prétraitements, la teinture et l'impression et les post-traitements. Les traitements diffèrent en fonction de la nature des fibres à traiter (fibres végétales, animales, artificielles, synthétiques) et la forme sous laquelle elles se présentent (bourre, rubans, fils, tissus ou tricots).

Dans cette partie vont être présentés les différents traitements pouvant être réalisés sur les fibres avec lesquelles nous allons travailler : le coton, la laine et le polyester. L'ennoblissement du polyester est développé davantage car c'est l'ennoblissement de cette fibre qui sera étudié plus précisément par la suite. [88], [89]

2. Les fibres étudiées

a. Le coton

Le coton est une fibre végétale composée à 90 % de cellulose. Le motif principal de cette fibre est le β-glucose, de formule :



N : degré de polymérisation.

Figure 18 : Formule de la cellulose

C'est une fibre très hydrophile et qui est gonflée par l'eau, ce qui permet une diffusion du colorant lors de la teinture. Le nombre important de groupements hydroxydes (-OH) est intéressant pour la teinture puisqu'ils permettent la formation de liaisons hydrogènes et de liaisons covalentes

avec les molécules de colorant.

Le coton est sensible aux milieux acides et aux milieux alcalins concentrés à chaud.

b. La laine

La laine est une fibre animale formée d'une vingtaine d'acides aminés. On y trouve en ramification, en bout de chaîne, des groupements à caractère acide (- COOH) et des groupements à caractère basique (groupement amine - NH_2).

La laine a donc un caractère amphotère. Son point isoélectrique se trouve à un pH de 4,9. A ce pH, il y a autant de fonctions basiques qu'acides. Pour un pH inférieur à 4,9, les groupements NH_3^+ sont majoritaires et pour un pH supérieur à 4,9, les groupements COO^- sont majoritaires.

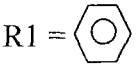
La laine est sensible aux milieux basiques c'est pourquoi des bases faibles telles que l'ammoniaque sont utilisées lors des traitements nécessitants un pH basique.

c. Le polyester

Comme décrit dans le chapitre I.B., le polyester est une fibre synthétique obtenue par estérification d'un diacide sur un dialcool :

$$n\ HOOC\text{-}R_1\text{-}COOH + n\ HO\text{-}R_2\text{-}OH \longrightarrow -(C(=O)\text{-}R_1\text{-}C(=O)\text{-}O\text{-}R_2\text{-}O)_n - + 2n\ H_2O$$

Le polyester le plus utilisé est le polyéthylène théréphtalate (PET) :

$R1 =$  $\qquad R2 = -(CH_2)_2$

La fibre de polyester a de très bonnes propriétés physiques, en particulier mécaniques. C'est une fibre très résistante chimiquement : seuls l'acide sulfurique et l'acide nitrique à chaud l'altèrent.

II. LES PRETRAITEMENTS

1. Introduction

Ils sont destinés à préparer les textiles afin de les rendre blancs ou aptes à être teints. Il existe différents types de prétraitements :

- Des prétraitements non aqueux tels que le carbonisage sur laine et le flambage sur coton. Ils permettent respectivement de débarrasser la matière des débris végétaux qu'elle contient à l'état

naturel et consistent à faire circuler la matière au dessus de rampes de gaz qui détruisent les fibrilles superficielles. Nous ne nous sommes pas intéressés à ces prétraitements car ils ne se réalisent pas en milieu aqueux.

- Des prétraitements en milieu aqueux qui ont pour but, soit d'éliminer les matières graisseuses présentes sur la fibre à l'état naturel ou celles ajoutées lors de la filature, du tissage ou du tricotage, soit de donner à la matière un aspect plus blanc permettant ainsi d'obtenir des articles grand blanc ou de réaliser ensuite des teintures en tons clairs ou pastels.

2. Le prétraitement du coton

a. Le débouillissage du coton

Le coton renferme environ 9% d'impuretés naturelles parmi lesquelles se trouvent les matières cireuses. Ces cires naturelles le rendent hydrophobe. Le débouillissage élimine ces cires pour rendre le coton hydrophile et facilite ainsi les traitements ultérieurs (blanchiment, teinture, impression et apprêtage).

b. Le blanchiment du coton

Le blanchiment permet d'éliminer la couleur beige naturelle du coton afin d'obtenir des produits blancs ou des produits destinés à la teinture des coloris clairs ou vifs. Il existe différents procédés de blanchiment : au peroxyde d'hydrogène, à l'hypochlorite de sodium et au chlorite de sodium.

Le blanchiment au peroxyde d'hydrogène est le blanchiment le plus utilisé en industrie. En effet, il présente l'avantage d'être peu nocif, de ne pas nécessiter d'équipements spéciaux et de permettre une grande souplesse d'utilisation. Il est de plus compatible avec la plupart des colorants et des azurants et peut être utilisé sur de nombreuses fibres. Cependant, il est sensible aux impuretés métalliques et reste coûteux. Il s'effectue en bain basique (pH 9-10) et nécessite l'emploi de produits auxiliaires de teinture (PAT) permettant de stabiliser le bain en ralentissant la décomposition de l'eau oxygénée. Ce traitement nécessite une neutralisation à l'acide acétique.

Le blanchiment à l'hypochlorite de sodium n'est utilisé que pour le coton. C'est un procédé très contraignant car si les conditions de pH ne sont pas respectées, il peut se produire un dégagement chloré. Ce procédé est peu coûteux mais les risques de dégradation de la fibre sont importants et on peut voir apparaître un rejaunissement de la fibre lors du stockage. De plus, il n'est pas compatible avec tous les colorants et azurants et nécessite un post-traitement anti-chlore afin

d'éviter l'altération du coton lors du séchage.

Le blanchiment au chlorite de sodium est également très contraignant sur le plan du pH. En effet, pour des pH inférieurs à 3, il y a production en excès de ClO_2 qui est toxique et corrosif. De plus, il nécessite la présence d'un activateur (PAT) pour obtenir un blanchiment uniforme. Il a l'avantage de peu dégrader la matière mais reste coûteux, nécessite des équipement spéciaux non corrodables et des précautions particulières car il est toxique et corrosif.

3. Le prétraitement de la laine

a. Le dégraissage de la laine

Le dégraissage de la laine permet l'élimination des matières grasses (des esters) qui ont été incorporées lors de l'ensimage pour faciliter les opérations de transformation de la laine en lui conférant un coefficient de frottement plus faible ainsi qu'en diminuant l'électricité statique, ceci permettant une augmentation de la vitesse de travail des machines. Si ces corps gras sont utiles lors de la transformation du fil, ils doivent être éliminés pour permettre une bonne pénétration du colorant dans la matière et pour obtenir une homogénéité de la teinture.

b. Le blanchiment de la laine

Le blanchiment a pour but d'éliminer la couleur jaunâtre de la laine afin d'obtenir des articles blancs ou de teindre des articles avec des couleurs claires ou vives. En effet, en cas de non blanchiment, la couleur initiale de la laine rend sa teinture terne. Le blanchiment a pour effet de rompre les liaisons entre les atomes de soufre responsables de la coloration jaune de la laine. Il existe deux méthodes de blanchiment, le blanchiment oxydant par l'eau oxygénée et le blanchiment réducteur par le dithionite de sodium.

Le blanchiment réducteur est un procédé plus économique car on utilise moins de composants dans le bain mais il est moins performant que le blanchiment oxydant : le blanc est moins stable dans le temps car la réaction qui s'effectue est réversible au contact du dioxygène.

On utilise le blanchiment réducteur dans le cas de laines faiblement écrues ou destinées à la teinture directement. Pour faire du grand blanc, on fait un blanchiment oxydant suivi d'un blanchiment réducteur.

4. Le prétraitement du polyester

a. Le nettoyage

Suivant leur phase de transformation, les fibres de polyester contiennent des substances étrangères et des salissures de nature très variée, comme des ensimages, des huiles de bobinage, des encollages, des matières grasses...[81]

Les substances insolubles dans l'eau peuvent se redéposer sur le textile au cours de la teinture ou des autres opérations d'ennoblissement. Les impuretés solubles risquent d'interagir avec les bains de traitement ultérieur.

En général, les textiles en polyester subissent une étape de nettoyage préalable à l'ensemble des traitements d'ennoblissement. Ce lavage est réalisé à l'aide d'un détergent, le pH du milieu dépend de la nature des impuretés. Le lavage classique se réalise en milieu alcalin et est suivi d'une neutralisation en fin de traitement. Pour éliminer les ensimages cationiques, on réalise un lavage en milieu légèrement acide suivi d'un rinçage. Le choix du détergent dépend de la nature des impuretés et du pH du bain de nettoyage.

b. La caustification, ou pelage chimique

Afin de modifier le caractère typiquement hydrophobe du polyester, on peut réaliser un traitement d'alcalinisation en milieu basique, à chaud afin de lui donner un caractère plus hydrophile et un toucher plus doux et soyeux. La fibre de polyester prend alors un aspect plus mat. [81]

L'alcalinisation rend la surface de la fibre légèrement rugueuse. Cet effet est dû à une saponification superficielle de la fibre. L'oxydation de surface entraîne une perte de poids de la fibre ainsi qu'une diminution du titre. La fibre conserve néanmoins sa résistance relative. Les fibres alcalinisées se teignent plus rapidement et en nuance plus foncées que les fibres non traitées.

Ce type de traitement se réalise en général avec des procédés discontinus tels que les barques à tourniquet, les jiggers et les cuves de teinture.

Pour obtenir un effet de finissage optimum, il faut éliminer 5 à 8 % de la fibre de polyester.

Comme nous le verrons dans le paragraphe VIII de ce chapitre, les micro-ondes peuvent également être utilisées pour réaliser ces traitements.

c. Autre prétraitement : plasma

Quelques études ont été réalisées pour l'utilisation des traitements plasma pour faciliter la teinture du polyester [82], [83].

Avec les traitements plasma atmosphérique, il y a peu d'effets sur les propriétés tinctoriales du polyester et sur les qualités des teintures.

Avec les plasma à pression atmosphérique, certaines publications démontrent une amélioration de la teinture des fibres synthétiques, le plus souvent et en utilisant des gaz autres que l'air. L'utilisation de gaz simples [(SO_2 + O_2) et (N_2, H_2, He)], avec des pressions comprises entre 50 et 800 Torr montre une augmentation des propriétés tinctoriales. Il est clair que la surface des fibres est riche en groupes fonctionnels mais que le cœur de ces mêmes fibres reste inchangé. Il en résulte donc une teinture superficielle ne dépassant pas les 1-2 microns. C'est donc uniquement les propriétés de surface des fibres qui ont été modifiées.

III. GENERALITES SUR LA TEINTURE

1. La teinture

La teinture est un phénomène de coloration qui se produit quand on met en contact une matière textile et un colorant en solution ou en dispersion. Les interactions ou liaisons qui s'établissent entre eux confèrent à cette adsorption une certaine résistance à différents facteurs (solidités).

Sur le plan physico-chimique le mécanisme de teinture peut se découper de la façon suivante :

- dissolution ou dispersion des colorants,
- transfert du colorant du bain vers les fibres,
- adsorption des molécules de colorant à la surface des fibres,
- diffusion des molécules de colorant de la surface vers l'intérieur de la fibre. C'est cette étape qui est sur le plan cinétique, l'étape limitante de la teinture,
- éventuellement, réaction chimique pour lier le colorant et les macromolécules de la fibre de manière covalente.

a. Dissolution ou dispersion des colorants

Selon leur nature les colorants sont solubles ou non dans l'eau. En règle générale, les colorants solubles se présentent sous forme de sels de sodium (-SO_3Na ou –COONa) de molécules

organiques colorées. L'acide libre, peu soluble, de ces molécules est un acide fort. Cet acide associé à une base forte donne des solutions qui sont, en général, neutres. Leur solubilité est le plus souvent indiquée dans les cartes de colorants fournies par les fabricants.

Quant aux colorants dits dispersés ou aux colorants de cuve sous forme pigmentaire, ils ne possèdent pas de groupement solubilisant. Ils sont donc mis en dispersion dans l'eau. La taille des particules, la quantité et la nature des dispersants peuvent influencer la teinture. A haute température, le colorant dispersé passe en solution (quelques mg/l) avant de teindre la fibre.

b. Transfert du colorant vers la fibre

Le transfert est dû a des agitations mécaniques ou / et thermique. Le colorant en se déplaçant dans le bain de teinture vient à la rencontre de la surface de la matière textile.

c. Adsorption des molécules de colorant à la surface de la fibre

L'adsorption se traduit par l'accrochage superficiel du colorant à la surface de la fibre. Cet accrochage est dû à des interactions intermoléculaires de Van der Waals ou ioniques.
Dans la pratique, l'adsorption dépend de la nature chimique de la fibre, des transformations (prétraitement) que celle-ci a subies au préalable, de la taille et des fonctions chimiques du colorant, ainsi que de la température et du pH du bain.
Les forces d'adsorption qui retiennent à la surface de la fibre les colorants, peuvent immobiliser une petite fraction de la quantité totale de colorant introduite dans le bain. Ce colorant ne sera donc pas libre de diffuser.

d. Diffusion du colorant

Différents facteurs vont influencer la diffusion du colorant dans la matière :

- L'état physique de la fibre, les colorants diffusant dans les zones amorphes, plus la fibre sera cristalline et plus les zones amorphes orientées, plus celle-ci sera difficile à teindre.
- La température, pour avoir des vitesses de diffusion satisfaisante, il faut se placer au dessus de la température de transition vitreuse pour que les macromolécules de la phase amorphe soient mobiles.
- Le colorant, sa forme physique (vapeur ou agrégat), son encombrement, son poids moléculaire...

- Les produits que l'on ajoute au bain de teinture (produits auxiliaires de teinture ou PAT), il s'agit des produits qui en général permettent d'améliorer la teinture sans pour autant être consommés lors du traitement.

Ainsi, l'ajout d'un véhiculeur lors de la teinture en plein bain du polyester permet d'abaisser sa température de transition vitreuse et facilite ainsi la diffusion du colorant dans la fibre à basse température.

2. Les lavages

Quelque soit la méthode de teinture choisie, le rendement tinctorial est rarement de 100%. Une partie du colorant introduit dans le bain ne se fixera pas sur la fibre. Pour éliminer cette fraction de colorant non fixé et améliorer les solidités à l'usage des textiles teints, il faut procéder à un post-traitement. Celui-ci peut consister en un simple rinçage mais aussi de savonnage destiné à éliminer le colorant adsorbé à la surface de la fibre ou de dépouillement qui cette fois détruit le colorant resté en surface de la fibre.

IV. LA TEINTURE DU COTON

Le coton est une fibre hydrophile, qui peut être teinte avec différentes classes de colorants. [112] Dans cette étude, nous avons choisi de travailler avec les colorants directs et les colorants réactifs. Le coton peut également être teint avec les colorants de cuve, au souffre et au naphtol.

1. Les colorants directs

Ce sont des colorants anioniques qui sont substantifs vis à vis du coton c'est à dire qu'ils sont attirés par celui-ci. La plupart de ces colorants ont un ou plusieurs groupements azoïques qui sont sensibles à la réduction.

Ces colorants montent directement sur la fibre, ils sont faciles d'emploi, peu chers, et ont une gamme de coloris très étendue. La teinture avec ces colorants met en jeu des liaisons hydrogène et des liaisons de Van der Waals qui sont des liaisons de faible énergie. Ils n'ont donc une bonne solidité au lavage qu'en dessous de 40°C. Leur solidité peut être améliorée par des post-traitements dont le plus simple est un rinçage à l'eau dure. En effet, l'eau dure contient des ions Mg^{2+} et Ca^{2+} qui remplacent les groupements Na^{+} du colorant et le rendent beaucoup moins soluble dans l'eau.

2. Les colorants réactifs

C'est la classe de colorants la plus récente. Tous les colorants réactifs possèdent un ou deux groupements réactifs, un groupement chromophore et un ou plusieurs groupements solubilisants.

Ces colorants sont donc très solubles dans l'eau. C'est pourquoi ils possèdent une faible affinité pour la matière. Il faut donc ajouter une quantité importante d'électrolyte lors de la teinture afin de diminuer la solubilité du colorant et favoriser sa migration vers la fibre. Cependant, on l'ajoute petit à petit afin d'éviter la précipitation du colorant et ainsi obtenir un bon unisson.

Principe de fixation :

Ils forment des liaisons covalentes avec les groupements OH de la cellulose. Deux types de réaction sont possibles :

$$\text{SN2 : Cell-OH} + \text{colt-X} \xrightarrow[\text{Milieu alcalin}]{} \text{Cell-O-colt} + \text{XH}$$

$$\text{Addition : Cell-OH} + \text{Colt-CH=CH}_2 \xrightarrow[\text{Milieu alcalin}]{} \text{Cell-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Colt}$$

La teinture en discontinue se réalise en quatre étapes :

1-Imprégnation de la matière avec le bain de teinture

2-Epuisement du colorant avec l'ajout progressif de sel

3-Réaction de fixation avec l'agent alcalin

4-Savonnage afin d'éliminer le colorant non fixé

V. LA TEINTURE DE LA LAINE

La laine peut être teinte avec différents types de colorants : les acides, les métallifères 1-1, les métallifères 1-2, les chromatables et les réactifs.

1. Teinture avec les colorants acides

C'est la classe de colorants la plus utilisée pour la teinture de la laine. Il s'agit d'un produit organique coloré soluble obtenu à partir d'acides organiques salifiés. Il est composé de groupements chromophores qui lui donnent sa couleur et de groupements auxochromes qui lui apportent sa solubilité et ses propriétés tinctoriales.

Ils sont vendus sous forme de sel de sodium : col-SO_3Na.

L'acide permet d'augmenter l'affinité du colorant pour la fibre. Plus il y a d'acide, plus il y a formation de NH_3^+ et plus cette affinité est importante. Cependant si la montée du colorant sur la

fibre est trop rapide, il y a risque de mal-unis.

Remarque : D'autres liaisons peuvent se former entre le colorant et la fibre. Il s'agit de liaisons de type hydrogène ou Van der Waals.

Il existe cinq procédés de teinture en fonction de l'affinité des colorants pour la matière. En effet plus cette affinité est grande moins l'agent de rendement qui est pour ces colorants l'acide est nécessaire. Le pH du bain de teinture peut s'étendre de 2 à 7 en fonction du type de colorant utilisé. Pour faire varier le pH du bain, on utilise des acides plus ou moins forts, voire pas d'acide.

2. Teinture avec les colorants réactifs

Les colorants réactifs sont des colorants acides qui comportent en plus des groupements réactifs. Ceux-ci leur permettent de former des liaisons covalentes avec les fonctions NH_2, SH ou OH de la laine en plus des liaisons électrostatiques formées habituellement.

$$WO\text{-}NH_2 + Colt\text{-}X \longrightarrow WO\text{-}NH\text{-}Colt + HX$$

Les liaisons covalentes étant d'énergie plus importante que les liaisons faibles, on obtient des solidités au lavage plus grandes.

La teinture s'effectue en deux étapes :

- Teinture classique qui permet la formation des liaisons électrostatiques en milieu acide,
- Neutralisation qui permet la formation de liaisons covalentes par augmentation du pH (libération des sites NH_2). Ce post-traitement permet également d'éliminer les colorants n'ayant pas formé de liaisons électrostatiques avec la fibre et est toujours suivi d'un rinçage à l'eau épurée.

VI. LA TEINTURE DU POLYESTER

1. Les colorants dispersés

a. Introduction

Au contraire des fibres naturelles qui sont hydrophiles et se teignent avec des colorants solubles dans l'eau, ou qui doivent être solubilisés avant d'être appliqués, le polyester est une fibre hydrophobe qui a donc peu d'affinité pour ces colorants solubles dans l'eau [2]. Le développement, dans les années vingt des colorants dispersés - c'est à dire, des colorants insolubles dans l'eau et qui s'appliquent sous la forme d'une dispersion plutôt que d'une solution – apporta une solution révolutionnaire au problème de la teinture des fibres synthétiques. En effet, en raison de leur

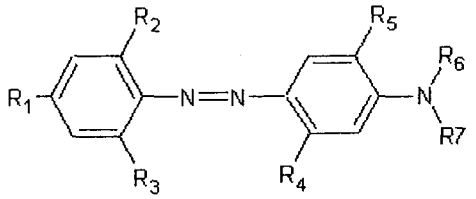
caractère hydrophobe, les colorants dispersés ont une affinité élevée pour les fibres de polyester également hydrophobes. [90]

b. Constitution chimique

Les colorants dispersés sont surtout monoazoïques, diazoïques ou anthraquinoniques. Ces trois classes représentent plus de 85% des colorants dispersés commercialisés. On trouve également sur le marché des colorants nitrés ou de la série des styrile, méthine, benzimidazole, quinophtalone, amino-quinomine et naphtaquinomine.

i. Les colorants dispersés de type azoïque

La gamme de couleur pour ces colorants est très large. Les colorants majoritaires sont les colorants monoazoïques. Ils sont dérivés de l'azobenzéne comme le montre la formule ci-dessous. Les colorants diazoïques restent peu répandus.



R1 : H ou NO_2

R2 et R3 : H, NO_2, OCH_3, CN, SO_2CH_3, Br, Cl

R4: H, CH_3, OCH_3, C_2H_5, $NHCOCH_3$, $NHCOC_2H_5$

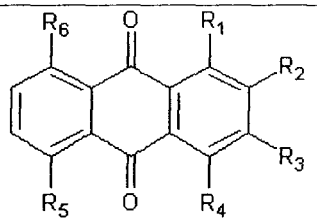
R5: H, CH_3, C_2H_5, OC_2H_5

R6 et R7: H, CH_3, C_2H_5, C_2H_4OH, $C_2H_4OCH_3$

Figure 19 : composition chimique des colorants disperses de type azoïque [85]

ii. Les colorants anthrquinoniques

Ils sont, en général, plus complexes à synthétiser et donc plus coûteux que les colorants azoïques. Cependant, le fait que la taille des molécules soit plus petite facilite leur utilisation en teinture. Ce type de colorant convient mieux aux teintures en ton clair. Ainsi, le bleu ciel ne peut être obtenu que par l'utilisation de colorants anthraquinoniques.



R1, R4, R5 et R6 : H, NH_2, OH, NHR

avec R : CH_3, C_2H_4OH, C_6H_5, $C_6H_4OCH_3$, C_8H_8OH)

R2 et R3 : H, Br, OC_6H_5, $C_6H_4OC_2H_3$, $CON(C_3H_6OCH_3)CO$

Figure 20 : composition chimique des colorants disperses de type anthraquinonique [85]

c. Les dispersants

Les colorants dispersés sont mis en vente après avoir été broyés et enrobés de dispersant. Le rôle des dispersants est double :

- pendant la préparation et le stockage des poudres de colorants : afin de faciliter le broyage et éviter les agglomérats au séchage, le fabricant incorpore des dispersants et des stabilisants.

- pendant le processus de teinture : les dispersants empêchent l'agglomération et facilitent une dispersion plus poussée. Ils ont également pour fonction de maintenir cette dispersion en particulier à haute température.

Les poudres commerciales de colorants dispersés contiennent donc une fraction importante de dispersants (environ 60 %) [91].

2. Les différents procédés de teinture

En raison de sa température de transition vitreuse élevée (environ 80°C) la vitesse de diffusion des colorants à l'intérieur de la fibre de polyester est assez faible aux températures usuelles de teinture (<100°C). Des procédés de teinture particuliers sont donc utilisés pour teindre le polyester :

- Teinture discontinue à pression atmosphérique avec utilisation de véhiculeur,

- Teinture discontinue sous pression à 130°C, au dessus de la Tg, afin de permettre la diffusion du colorant,

- Teinture continue à très haute température (210°C), qui est connue sous le terme de thermosolage.

La teinture est suivie d'un dépouillement permettant d'éliminer le colorant non fixé [93].

a. Teinture du polyester avec utilisation de véhiculeur

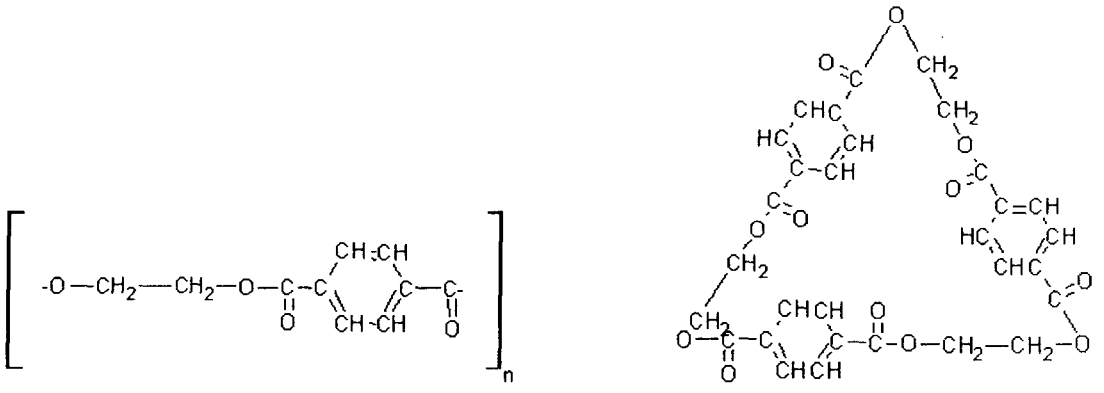
De part la nécessité de l'utilisation de quantités importantes de véhiculeur pendant la teinture, ainsi que le choix restreint de colorants, ce mode de teinture du polyester est aujourd'hui assez marginal [86].

Les véhiculeurs (ou carrier) sont des produits auxiliaires spéciaux insolubles dans l'eau qui augmentent l'adsorption des colorants dispersés par la fibre [84], [85]. Le véhiculeur gonfle la fibre, c'est-à-dire qu'il est absorbé dans les zones amorphes et écarte les macromolécules. Le degré de liberté des macromolécules de polyester est alors augmenté, la température de transition vitreuse est abaissée, ce qui permet aux molécules de colorant dispersé de pénétrer plus rapidement et à plus basse température à l'intérieur de la fibre. [99]

b. Teinture du polyester à haute température sous pression

C'est le mode de teinture plein bain le plus répandu pour la teinture du polyester en colorant dispersé. La teinture s'effectue dans des autoclaves à une température comprise entre 130°C et 135°C. Ces conditions de teinture permettent de s'affranchir de la nécessité de véhiculeur et d'utiliser une gamme de colorants très variée. [94] De plus, cette technique permet d'utiliser des colorants de moyenne et haute énergie qui assurent une meilleure stabilité des couleurs, de meilleures solidités aux lavages et à la sublimation.

L'apparition d'oligomères à la surface des fibres de polyester est l'un des principaux problèmes posés par la teinture du polyester à haute température. Les oligomères sont des produits cristallins à chaînes courtes composés de 3 à 6 monomères de polyester. Les oligomères peuvent être de forme cyclique ou linéaire, mais c'est la forme de trimère cyclique qui est prépondérante. [97]



Oligomère linéaire (n < 8) Oligomère cyclique

Figure 21 : oligomère du polyester

Pendant la teinture à 130°C, les oligomères se détachent de la fibre et sont finement dispersés dans le bain. Pendant le refroidissement ils peuvent cristalliser et se déposer à la surface des fibres ou sur les appareils de teinture. Ce dépôt d'oligomères donne un aspect blanchâtre et rugueux à la surface des fibres teintes [97].

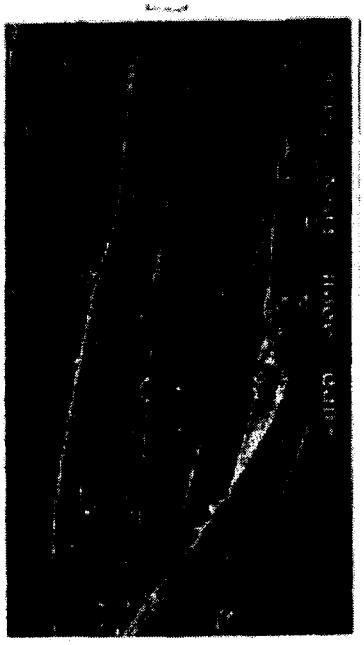


Figure 22 : Oligomère à la surface du PET [97]

c. *Teinture du polyester à très haute température : le procédé thermosol*

Cette technique a été mise au point par DuPont en 1949. Elle consiste à foularder le polyester avec une dispersion de colorants dispersés puis à le sécher et finalement à le thermofixer à une température d'environ 210°C. A cette température, de nombreux colorants dispersés sont sublimables. Le transfert du colorant vers la fibre se fait donc en phase vapeur. Le colorant à l'état monomoléculaire peut alors pénétrer dans la fibre qui se trouve à une température très supérieure à sa température de transition vitreuse.

Le procédé thermosol se décompose donc en 4 étapes :

- application par foulardage des colorants dispersés sur le textile
- séchage de la dispersion de colorants
- fixation à très haute température des colorants sur le textile (thermosolage)
- post-traitement ou sur-teinture des autres fibres pour le cas des mélanges.

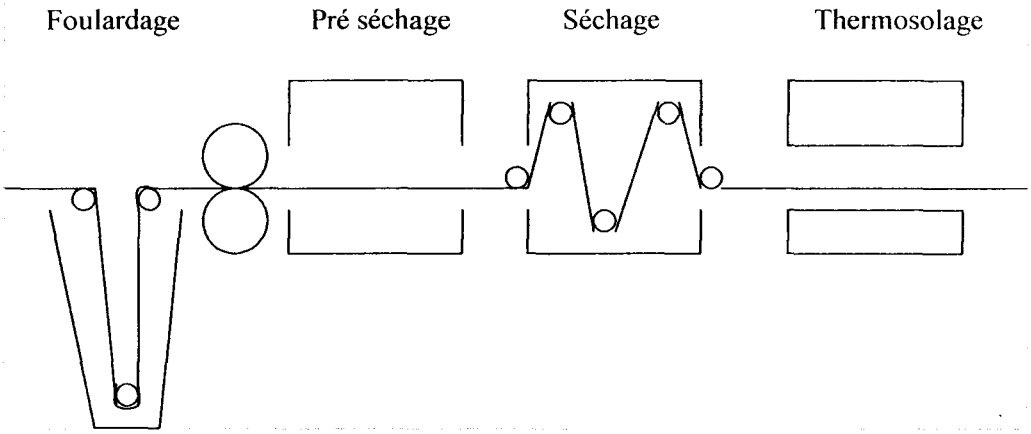


Figure 23 : schéma du procédé de teinture par thermosolage

Le thermosolage proprement dit peut être réalisé de plusieurs façons, par air chaud, par vapeur sèche surchauffée, par chaleur de contact, ou par rayonnement infra-rouge.

Ces modes de chauffage peuvent être utilisés seul ou en combinaison. En général, on rencontre : des cylindres métalliques chauffés plus une insufflation d'air chaud ou des rayonnements infrarouges plus de l'air chaud.

Afin d'assurer un bon unisson il est souvent nécessaire d'ajouter des épaississants et des anti-migrants. De même, il faut s'assurer que le chauffage soit uniforme sur les deux faces du textile [86].

Le choix des colorants est également important. Il faut que les colorants aient une solidité à la sublimation compatible avec le couple température – chaleur - durée. Un colorant qui n'est pas suffisamment solide à la sublimation sera entraîné par l'air chaud, au contraire, un colorant trop solide exigera une température trop élevée.

Le procédé thermosol est principalement utilisé pour la teinture des mélanges polyester / coton.

3. Aspects physico-chimiques de la teinture des fibres de polyester

a. Introduction

La théorie de la teinture s'appuie sur la chimie physique pour comprendre le transfert des molécules de colorants sur les fibres textiles et les comportements des unes vis-à-vis des autres. Les interactions colorants/fibres sont assez complexes car on assiste à des phénomènes d'adsorption et de diffusion.

La modélisation des résultats obtenus de façon expérimentale permet de comprendre les

mécanismes réactionnels mis en jeu. Puis on interprète les faits expérimentaux en terme de comportement grâce à une ou plusieurs hypothèses.

Dans la recherche scientifique, on s'intéresse donc à la distribution du colorant entre le bain et la fibre. On étudie d'une part la cinétique de teinture qui nous informe sur la vitesse de montée du colorant sur la fibre. D'autre part, la thermodynamique de la teinture qui étudie cette distribution du colorant entre le bain et les fibres à l'état d'équilibre. L'état d'équilibre étant atteint quand le système n'évolue plus.

Dans la partie expérimentale qui va suivre, nous allons travailler à la continue et ne nous placerons pas à l'équilibre thermodynamique, les temps de traitement s'étalant de zéro à trois minutes et allons nous intéresser uniquement aux cinétiques de teinture et de diffusion des colorants. Nous considérerons ces éléments de théorie car nous n'avons pas trouvé dans la littérature d'étude théorique sur la teinture à la continue.

b. Cinétique de teinture

i. Introduction

Comme expliqué précédemment, la teinture n'est pas un phénomène instantané. Elle se déroule en trois étapes imbriquées les unes dans les autres :

- diffusion du colorant du bain vers la fibre,
- adsorption du colorant à la surface de la fibre,
- diffusion du colorant dans la fibre.

La théorie retenue pour décrire le transfert des colorants dispersés vers les fibres de polyester a longtemps été celle de la « solution solide » [100]. Pendant la teinture, le colorant est adsorbé du milieu aqueux à la surface de la fibre, puis simplement dissout à l'intérieur de celle-ci. Depuis la découverte de la faible solubilité des colorants dispersés par Vickerstaff, on sait que la diffusion du colorant dans la fibre se fait à partir de la petite fraction de colorants solubles dans l'eau. Les autres molécules de colorant dispersés dans le bain servent de réservoir de colorant, libérant des molécules de colorant soluble au fur et à mesure que celui-ci monte sur la fibre.

L'utilisation de ces modèles nous permettrons donc d'avoir une idée des constantes de vitesse et des énergies d'activation de teinture et d'émettre ainsi des hypothèses sur les effets thermiques ou spécifiques des micro-ondes sur la teinture.

iii. Energie d'activation

La connaissance de la valeur de la constante de vitesse k à différentes températures permet de calculer l'énergie d'activation par l'équation d'Arrhenius :

$$dlnk/dT = E/RT^2$$

$$\ln(k_1/k_2) = (E/R)(1/T_1 - 1/T_2) = (E/R)[(T_2 - T_1)/T_2T_1]$$

L'énergie d'activation E correspond à l'énergie qu'il faut fournir à la fibre et au colorant pour qu'ils interagissent.

c. Lois de diffusion

La teinture commence par un phénomène de migration du colorant du bain vers la surface de la fibre dont l'intérieur est encore à concentration nulle en colorant. Un gradient de concentration se produit et cause un transfert du colorant de la surface vers l'intérieur de la fibre.

La diffusion dans la fibre suit la première loi d Fick qui stipule que le flux de colorant est proportionnel au gradient de concentration $\partial C/\partial x$ (qui représente la baisse de concentration sur une distance unitaire), le coefficient de proportionnalité étant - D. D est appelé le coefficient de diffusion. La variation de la concentration en fonction du temps est décrite par le seconde loi de Fick :

$$\partial C/\partial t = D \,.\, (\partial^2 C/\partial t^2)$$

quand la diffusion a lieu dans une seule dimension.

$\partial^2 C/\partial t^2$ représente la différence en nombre de particules qui diffusent vers l'intérieur et vers l'extérieur par unité de temps, alors que $\partial C/\partial t$ représente l'accumulation du nombre de particules dans le même volume pendant le même durée.

VII. UTILISATION DES MICRO-ONDES DANS L'ENNOBLISSEMENT TEXTILE

1. Historique

De nombreuses études concernant l'utilisation des micro-ondes pour l'ennoblissement des textiles ont été menées au cours des années 1970 et 1980. Que ce soit pour le séchage, la

préparation ou la teinture, ces études ont débouché sur le dépôt d'un grand nombre de brevet, mais sur peu de développements industriels des procédés mis en place. Pour la plupart de ces procédés, le choix de travailler à la continue ou avec des rapports de bain court a été fait [42], [43], [44], [45], [46], [47], [48], [49], [50], [51], [52], [53], [54], [55], [7], [16].

On a essayé d'utiliser les micro-ondes pour de nombreuses applications textiles telles que le séchage et principalement le séchage de bobine en particulier du coton et de la laine [40], [45], [51], [43], [44], la modélisation du séchage a débuté dans les années 1970 par les travaux de Donald Lyons *et coll.* [49], [50],et est aujourd'hui assez bien connue et pour sécher, on s'intéresse, aujourd'hui, davantage à la combinaison micro-ondes – infrarouge.

Les premières idées d'utilisation de l'énergie micro-onde pour l'apprêtage des textiles ont débutés dans les années 1970 avec l'utilisation d'un four à micro-onde pour les traitements d'apprêt de plis permanent sur les matières cellulosiques. En dépit de résultats prometteurs, les travaux ont été abandonnés jusqu'à récemment où l'on constate un regain d'intérêt avec le développement de traitement d'apprêt ne contenant pas de formaldéhydes [59], [71], [3].

Mais elles sont aussi utilisées pour la désinfection du coton et du polyester en 1982 [4] ou plus récemment pour le débouillissage et le blanchiment combinés du coton [52].

L'application des principales études effectuées sur le sujet reste la teinture, celles-ci balayant les trois types de fibres : le coton, la laine et le polyester.
En effet, au cours des années 70 et 80, les grands fabricants de colorants et de produits auxiliaire tels que Ciba-Geigy (aujourd'hui Hunstman) ou ICI (aujourd'hui une partie de AkzoNobel) se sont intéressés à l'utilisation des micro-ondes pour la teinture [60], [61], [62], [63].

En ce qui concerne la teinture à la continue du coton en colorants réactifs, les auteurs insistent sur le fait que la composition du bain et donc sa polarité ainsi que le taux d'humidité du tissu influencent beaucoup l'absorption des micro-onde par le textile et donc le rendement tinctorial [56], [58].

Une autre voie a été explorée par l'IFTH au milieu des années 90 avec la construction d'un prototype industriel de jigger de teinture assisté par micro-ondes.

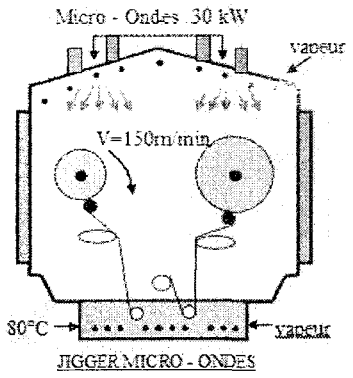


Figure 25 : Jigger micro-onde

Cette étude a été menée conjointement par des institutionnels tels que l'ITF et EDF et des industriels. Deux prototypes ont été fabriqués, puis le projet a finalement été abandonné [53], [54], [55].

L'utilisation des micro-ondes pour la teinture du coton aussi bien que pour celle de la laine permet d'obtenir des teintures plus rapides, des rendements tinctoriaux équivalents voire accrus et dans certain cas de meilleures solidités aux lavages.

En ce qui concerne le traitement du polyester, les premières études remontent au début des années 80, puis l'idée a été abandonnée jusqu'au milieu des années 90. Avec l'augmentation des prix des énergies fossiles, on constate depuis le début des années 2000 un regain d'intérêt pour ce domaine [64], [70], [39].

2. Utilisation des micro-ondes pour l'ennoblissement du polyester

On trouve peu de chose dans la littérature scientifique concernant l'ennoblissement du polyester par micro-onde et ce en dépit du nombre important de brevets déposés.
Les micro-ondes sont peu susceptibles d'interagir avec le PET, car celui-ci est très peu polaire et possède une constante diélectrique ε_r' de 4 et un facteur de perte de 0,04 à la fréquence de 2450 MHz, nous pouvons donc considérer que comparativement à l'eau, il est pratiquement transparent aux micro-ondes.
Les micro-ondes peuvent être utilisées de différentes façons pour traiter le polyester. Soit lors d'un prétraitement pour modifier le polyester et / ou faciliter la teinture, soit pour le teindre directement.

La société IMS (Industrial Micro-waves System) a essayé de remplacer le les Infra-rouges par les micro-ondes pour le pré-séchage des textiles pour le procédé thermosol. L'utilisation des micro-ondes permet dans ce cas d'obtenir une répartition plus uniforme des colorants [7], [51].

Utilisation des micro-ondes pour la caustification du polyester

La caustification est un prétraitement qui permet en modifiant la nature des groupements à la surface du polyester (production de groupement –COOH) d'améliorer l'hydrophilité et donc l'affinité pour le bain de teinture. Ce traitement s'accompagne toujours d'une perte de poids du polyester, une partie de celui-ci ayant été hydrolysé. C'est généralement par l'évaluation de la perte de poids (évaluer en % par rapport à la masse initiale) qu'on évalue l'intensité de l'hydrolyse. Ainsi le pelage chimique par micro-onde permet d'améliorer la teinture du polyester (Figure 29) [68].

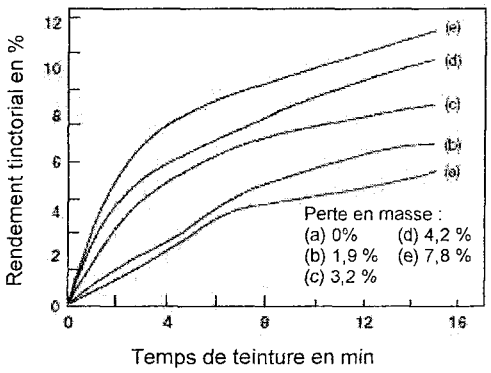


Figure 26 : effet de la caustification par micro-onde sur le rendement de teinture du polyester avec le colorant CI disperse blue 79 [68]

La cautisfication peut être réalisée en plein bain (avec un rapport de bain de 1/80) [68] ou à la continue par un procédé par foulardage, comme c'est le cas de la machine Apllotex brevetée par l'entreprise japonaise Ichikin, Ldt (Figure 30) [5].

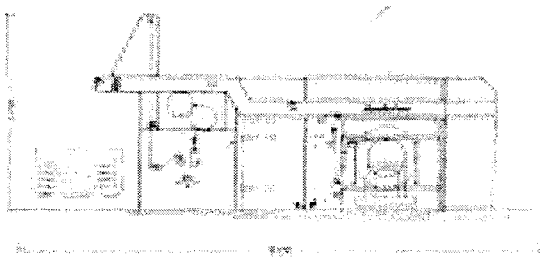
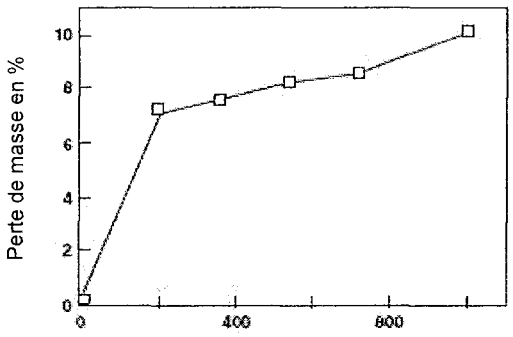


Figure 27 : Machine de traitement du polyester Apollotex [5]

D'après Xu et Yang, l'utilisation des micro-ondes pour la caustification permet de réduire l'énergie nécessaire à la réalisation du traitement comparativement au chauffage classique [68].



Graphe 1 : Effet de l'intensité micro-ondes sur la perte de masse du tissu

Tableau 2 : Effet du mode de chauffage sur la perte de masse

Mode de chauffage	Puissance (W)	Perte de masse (%)
Conventionnel	1000	7.18
Micro-ondes	360	7.61
Micro-ondes	540	8.24
Micro-ondes	720	8.57
Micro-ondes	900	10.11

Figure 28 : Effet de la puissance micro-onde émise sur la perte de masse du polyester [68]

Autres prétraitements avant teinture

Une deuxième méthode de prétraitement est l'utilisation de solvant. Les échantillons de polyester sont traités soit dans l'eau, soit dans le perchloréthyléne dans un four ménager de 1,5 kW (2-15 min). Les échantillons sont ensuite teints en plein bain classiquement ou par micro-ondes (RdB 1/100, 2-15 min).

Le prétraitement au perchloréthyléne pendant 15 min provoque une augmentation de 79% du diamètre de la fibre, facilitant ainsi la vitesse de diffusion du colorant dans la fibre.

Le prétraitement quelque soit le solvant choisi permet d'améliorer le rendement tinctorial. Avec le perchloréthyléne, cette amélioration est plus importante (Figure 32) [67].

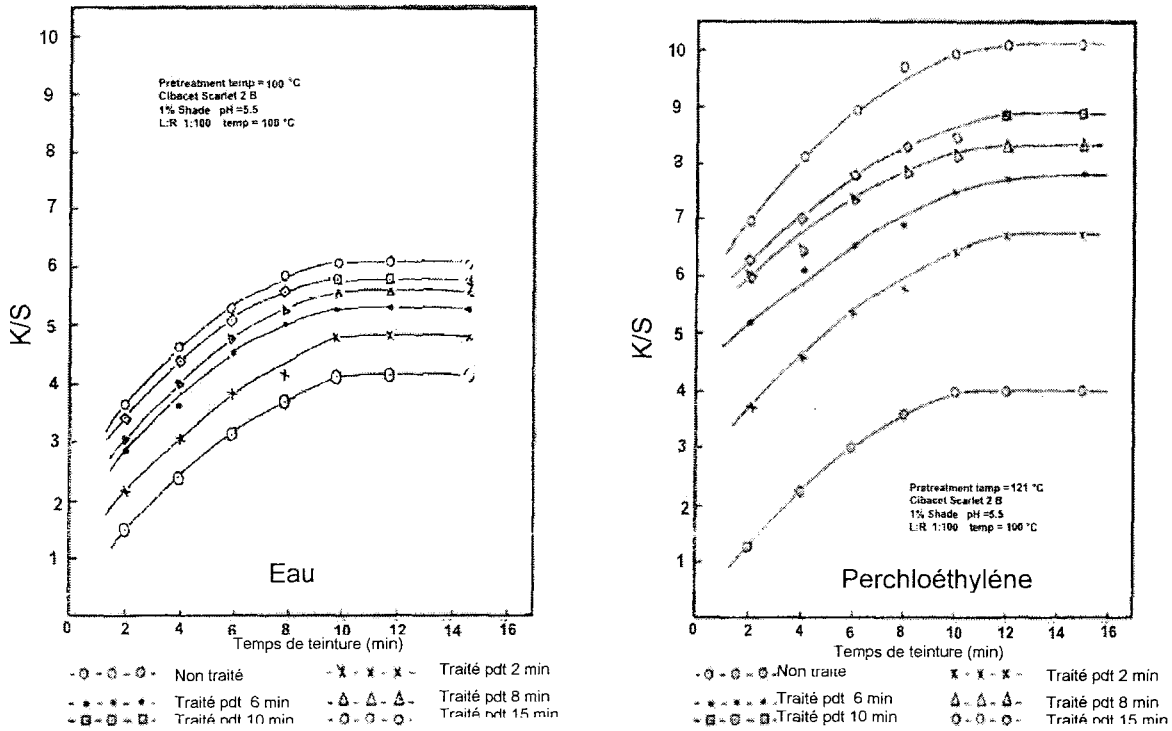


Figure 29 : K/S en fonction du temps de teinture par micro-onde d'échantillons de polyester prétraités dans l'eau ou le perchloréthyléne [67]

Teinture du polyester

Globalement l'utilisation des micro-ondes pour la teinture du polyester permet d'augmenter la vitesse de teinture et le rendement tinctorial à un temps donné (figure 30).

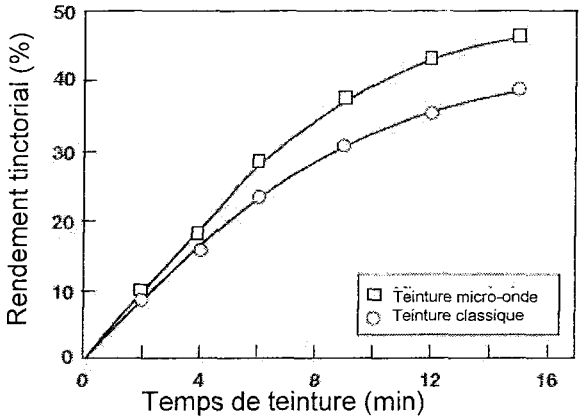


Figure 30 : Comparaison du rendement tinctorial avec micro-onde et par chauffage conventionnel [69]

Pour réaliser la teinture les auteurs ont travaillé soit en phase vapeur [65], [66], [5] soit

ajouté des produits chimiques ou des polymères au bain de traitement [69], [70], [72].

De manière générale, l'ajout d'électrolytes ou de solvants permet d'augmenter le rendement tinctorial des teintures sous micro-ondes [69]. Comme on peut le voir sur les figures 34 et 35, l'ajout d'une petite quantité d'urée ou d'électrolyte permet d'augmenter le rendement, mais si on augmente encore la quantité d'électrolyte ou d'urée, celui-ci reste stable.

Cette fois, le rendement tinctorial est évalué par la mesure du K/S. Le K/S est une valeur colorimétrique définie par la loi de Kubelka - Munk et qui est proportionnelle à la concentration en colorant dans la fibre.

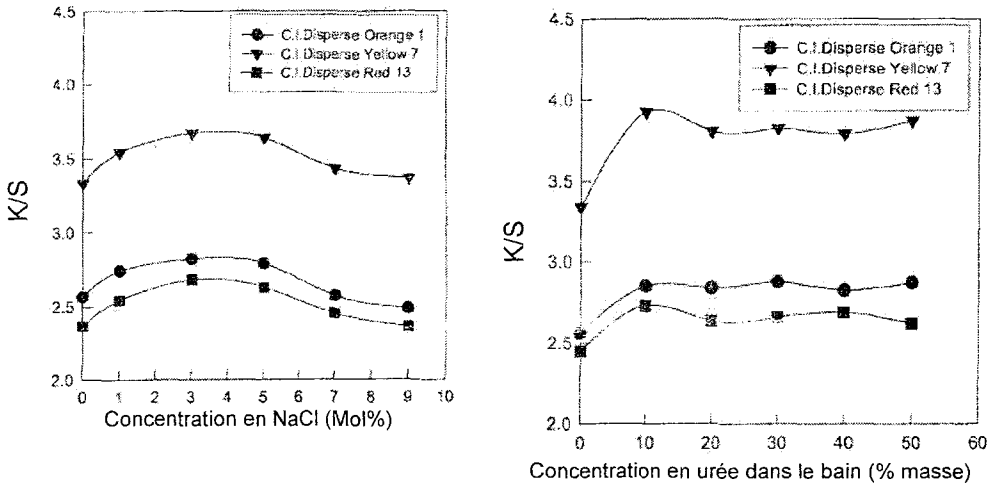
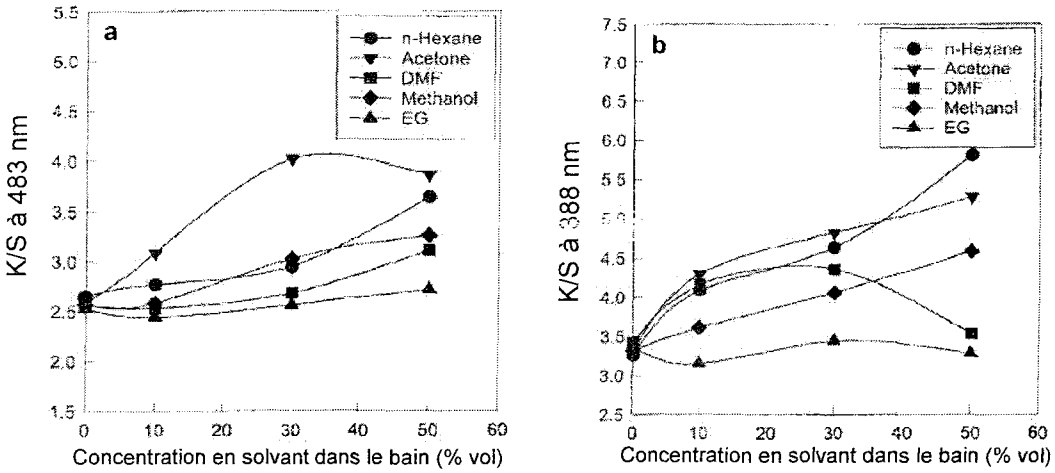


Figure 31 : Effet de l'ajout de sel ou d'urée sur le rendement tinctorial des teintures par micro-ondes[69]



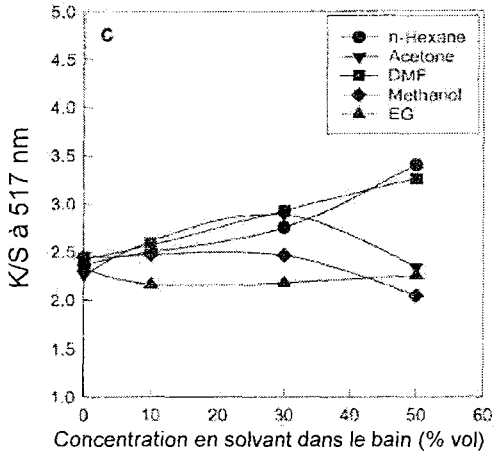


Figure 32 : Effet de la concentration en solvant sur le K/S des tissus polyester teints par micro-ondes avec [69] :

a : CI disperse Orange 1

b : CI disperse Yelow 7

c: CI disperse Red 13

En ce qui concerne l'utilisation de solvants, on constate que la valeur de paramètre de solubilité de celui-ci à une grande importance [69], [70]. De plus, il faut noter que l'ajout de solvants dans le bain de teinture modifie les propriétés mécaniques des fibres de polyester.

Conclusion

Différentes utilisations possibles des micro-ondes ont été explorées, les micro-ondes peuvent être utilisées soit comme unique mode de fourniture d'énergie à la pace d'un mode de chauffage conventionnel, seul le jigger micro-onde essaie de combiner les micro-ondes en complément d'un mode de chauffage classique. De plus, dans la plupart des cas, la tentation est grande d'ajouter des électrolytes aux bains ou de travailler en présence de solvants afin d'augmenter soit l'affinité du bain pour les micro-ondes, soit celle du textile pour le bain. Ces ajouts ont généralement des conséquences positives sur le rendement tinctorial et les vitesses de teinture, mais également des conséquences négatives concernant la charge polluante des eaux de rejet et les propriétés mécaniques des textiles. De plus, dans les cas décrits ci-dessus, aucune comparaison avec un mode de chauffage classique n'a été réalisée.

De manière générale, l'utilisation des micro-ondes pour l'ennoblissement textile permet d'augmenter le rendement et la vitesse de traitement. Du fait de la dissipation de l'énergie au cœur des textiles, l'énergie nécessaire au traitement est plus faible par chauffage micro-onde que par chauffage conventionnel. Ces avantages, bien que depuis longtemps constatés, sont peu expliqués dans la littérature.

Pour notre étude, nous avons fait le choix de travailler à la continue avec uniquement l'eau comme solvant et de ne pas ajouter aux bains de produits auxiliaires. De plus, nous avons souhaité combiner les micro-ondes avec un autre mode de chauffage, qui quand cela est nécessaire apporte un complément d'énergie.

CHAPITRE II

UTILISATION DES MICRO-ONDES POUR L'ENNOBLISSEMENT DES TEXTILES : FAISABILITE ET MATERIEL MICRO-ONDE

A. DESCRIPTION DU PROCEDE

I. *RAPIDE HISTORIQUE DU PROJET*

C'est la société AMP (Analyse Mesure Pollution) qui est à l'origine du projet. Au sein de l'entreprise, une technicienne réalise quelques essais de blanchiment du coton dans un four micro-onde ménager. Les travaux se sont poursuivis grâce à la combinaison des micro-ondes et d'un apport d'énergie supplémentaire par contact thermique pour l'ennoblissement des textiles et un brevet mettant en œuvre cette technologie a été déposé.

L'objectif de cette étude est cette fois de mettre en place un pilote de laboratoire permettant de traiter des tissus à la continue ainsi que de mieux comprendre les effets des micro-ondes sur la teinture.

II. *DESCRIPTION DU PROCEDE*

Etant donnée la faible rentabilité économique de l'utilisation des micro-ondes pour chauffer de grand volume d'eau, nous avons choisi de travailler en bain court, c'est-à-dire d'utiliser un procédé à la continue.

Le procédé se déroule donc en trois étapes :

- imprégnation et foulardage du textile,
- fixation du traitement par l'effet combiné des micro-ondes et de la chaleur de contact,
- finissage habituel, classique pour l'ensemble des procédés d'ennoblissement.

Le procédé pourrait donc être représenté ainsi :

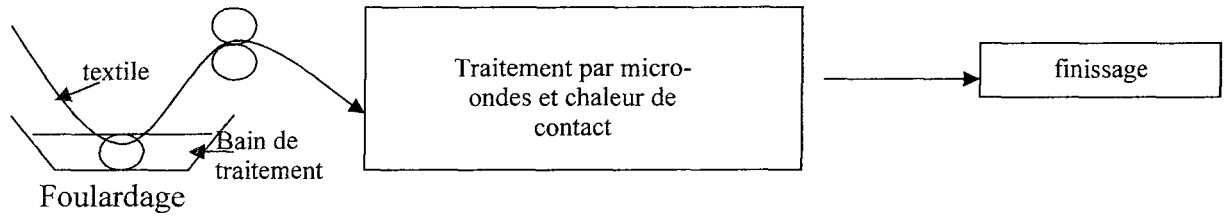


Figure 33 : Procédé de traitement utilisé dans cette étude

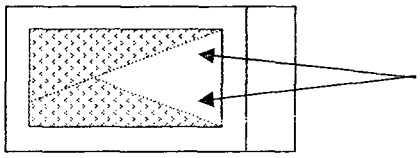
III. *LE FOUR MENAGER*

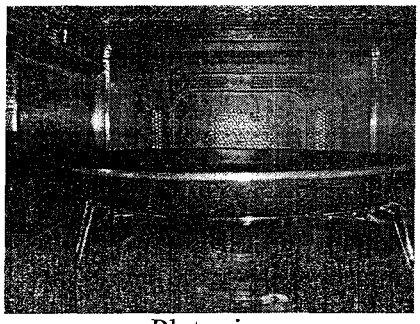
Les essais préliminaires de faisabilité ont été réalisés dans un four micro-onde ménager du commerce le four ménager Whirlpool comportant la fonction crisp. Celui-ci est fourni avec un plat croustilleur (plat crisp).

Caractéristiques du four :

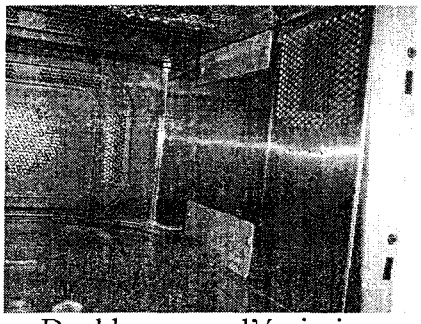
Tension d'alimentation	230 V / 50 Hz
Puissance absorbée	2700 W
Fusible	16 A
Puissance restituée	1000 W
Hauteur / Largeur / Profondeur en mm	330 / 553 / 537
Cavité du four en mm	227 / 372 / 395

Le système crisp est la combinaison d'un double système d'émission d'ondes situé sur la paroi latérale et d'un plat croustilleur.





Plat crisp



Double source d'émission

Figure 34 : photos du four ménager Wirpool

Lorsque l'on utilise la fonction crisp, les micro-ondes sont absorbées et retenues par le plat crisp dont toute la surface est ainsi chauffée.

1. Point de Curie

C'est la température à partir de laquelle un matériau ferromagnétique perd son magnétisme d'après Marie Curie [105]-[106].

En effet, toute substance placée dans un champ magnétique - par exemple, à proximité d'un

aimant - acquiert des propriétés magnétiques caractérisées par un moment magnétique par unité de volume, appelé aimantation. Suivant la valeur et le signe de cette aimantation, on peut classer toutes les substances en trois catégories principales :

- les diamagnétiques, qui s'aimantent très faiblement, mais en sens contraire du champ magnétique appliqué (ils sont donc repoussés par un aimant). Sont diamagnétiques par exemple: l'eau, le cuivre, le plomb, l'argent, le bismuth, etc.
- les paramagnétiques, qui s'aimantent faiblement dans le même sens que le champ appliqué. Sont paramagnétiques à toutes températures les métaux alcalins, le platine, l'aluminium, etc.
- les ferromagnétiques, qui s'aimantent très fortement dans le même sens que le champ appliqué et dont le meilleur exemple est le fer.

Ces deux dernières catégories de substances sont donc attirées par un aimant. Au dessus d'une température dite "de Curie" (TC) - souvent improprement nommée "point de Curie" - spécifique à chaque substance, tous les ferromagnétiques deviennent des paramagnétiques et ne sont donc plus que faiblement magnétiques. Après un passage au-dessus de TC, les ferromagnétiques ne retrouvent que leurs propriétés magnétiques d'origine cela signifie notamment que les aimants doivent être re-aimantés.

Pour le fer (TC = 770°C), le nickel (TC = 358°C) et le cobalt (TC = 1130°C), Pouillet avait bien déterminé des ordres de grandeur tout à fait corrects, même si l'on ne savait pas mesurer des températures élevées. Pour le chrome et le manganèse, Pouillet ne pouvait pas, à son époque, savoir qu'ils font partie d'une sous-classe particulière de ferromagnétiques faibles, les anti-ferromagnétiques, dont la température de transition vers le paramagnétisme s'appelle la température "de Néel" (TN), respectivement 202°C pour le chrome et -178°C pour le manganèse.

2. Le système crisp

Le plat crisp est fabriqué en aluminium et chargé en ferrite (poudre d'alliages ferreux), il attire comme un aimant tout le faisceau d'ondes orienté à partir de la partie basse.
La charge de ferrite rend le plat en aluminium magnétique ce qui lui permet de s'échauffer lorsqu'il est placé sous champ micro-ondes.

Afin de comprendre le phénomène, nous avons recherché les brevets qui font référence à ce procédé [107], [108]. Ces brevets expliquent le mode de fonctionnement du plat crisp.

Selon l'utilisation prévue, on décide d'une température maximale pour celui-ci qui correspond à la température de brunissage souhaitée.
Ensuite, on choisit un matériau en ferrite qui présente un point de curie au dessous de cette

température maximale. Grâce à ce choix, l'absorption des micro-ondes dans la couche de ferrite est interrompue dans la zone où l'on atteint le point de curie. Lorsque la totalité de la couche a atteint le point de curie, l'absorption d'énergie dans la couche est sensiblement arrêtée, et grâce à ceci, les micro-ondes sont réfléchies contre la plaque de métal du plat crisp et ensuite la propagation continue vers l'extérieur et dans la cavité au delà des bords du plat.

Ainsi, lorsqu'il a atteint sa température maximale, l'énergie des micro-ondes est absorbée uniquement par la pièce à chauffer elle-même.

Ensuite, lorsque la dissipation de chaleur depuis le plat vers la pièce à chauffer diminue la température de celui-ci à un endroit quelconque, il apparaît également une diminution de température dans la partie correspondante de la couche de ferrite, qui commence alors à absorber à nouveau l'énergie des micro-ondes et à transférer la chaleur vers le plat.

Grâce à ceci, la surface complète du plat maintient une température sensiblement régulière et égale à la température de brunissage souhaitée, et simultanément une bonne efficacité des micro-ondes parce que l'énergie qui n'est pas absorbée par le plat est principalement absorbée par la charge.

Le four crisp offre différents modes de fonctionnement :

- mode micro-onde classique,
- mode crisp : fonctionnement des deux magnétrons et de la fonction grill avec utilisation du plateau.
- mode chaleur tournante,

Le four permet également de préchauffer le plat crisp à différentes températures.

IV. LA LIGNE PILOTE DE LABORATOIRE

La photo ci-dessous montre la ligne pilote de laboratoire que nous avons mise au point. Elle permet de traiter des bandes de tissu de 30 cm de large. Elle comporte un dispositif de foulardage avec un bac et des rouleaux exprimeurs. Le textile est ensuite introduit dans l'enceinte micro-onde. A la sortie, l'entraînement du tissu est assuré à vitesse constante entre 0 et 10 m /min.

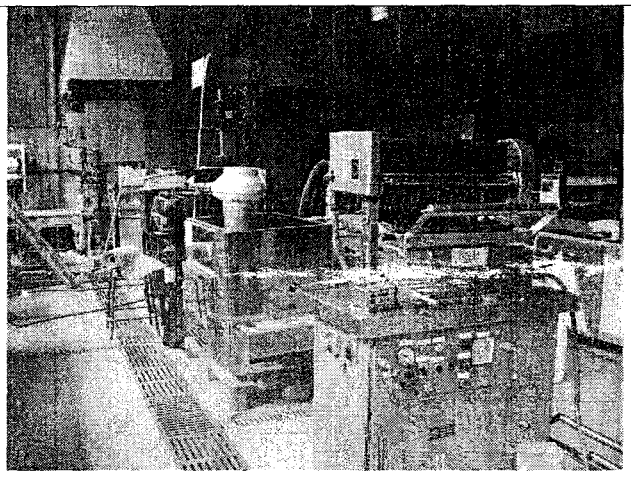


Figure 35 : photo de la ligne pilote de laboratoire

1. L'enceinte micro-onde du pilote

C'est une enceinte métallique construite en inox amagnétique afin de s'affranchir des problèmes d'arcarges. On peut le décomposer en deux parties distinctes :

- l'enceinte proprement dite contenant trois cylindres,
- et la source micro-ondes.

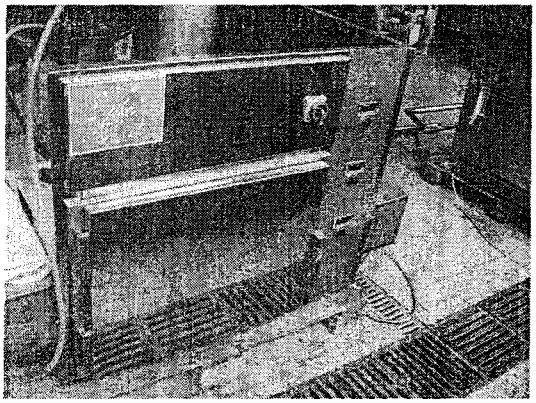


Figure 36 : le pilote de laboratoire

a. Les cylindres chauffants

Nous avions besoin d'avoir un contact avec une surface chauffante et de faire défiler le textile à la continue dans l'enceinte. Nous avons donc choisi de placer des cylindres métalliques chauffants à l'intérieur de l'enceinte. Afin de nous assurer de la possibilité d'insérer plusieurs cylindres sous champ micro-onde, nous avons décidé d'installer trois cylindres. De plus, la présence

de ces trois cylindres permet d'avoir un bon guidage du tissu au cours de son défilement dans l'enceinte et permet également d'avoir un contact avec la surface chauffante sur les deux faces du tissu.

Le pilote de laboratoire comporte donc trois cylindres chauffants de chacun 30 cm de diamètre. Ils sont chauffés de l'intérieur à l'aide d'une résistance électrique d'une puissance de 1200 W. Celle-ci est disposée en spirale autour de l'axe du cylindre. Ils sont montés sur roulement à billes afin de tourner librement pendant le défilement du tissu. Afin de protéger les roulements des effets des micro-ondes, des pièges à ondes ont été placés sur les axes. Les pièges à ondes doivent avoir des caractéristiques très précises. Ils ont cette forme :

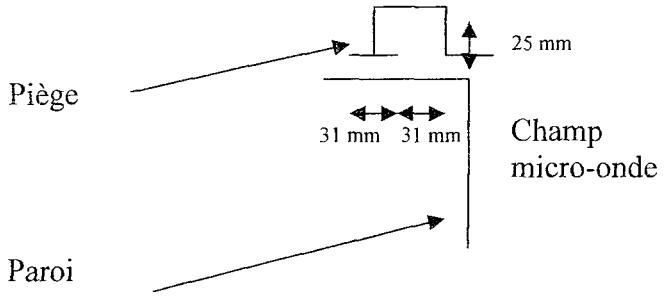


Figure 37 : Schéma d'un piège à ondes

Etant donné qu'il y aura plusieurs cylindres, la distance minimale entre ces cylindres doit être supérieure à 5 mm.

La température est mesurée par une sonde placée à l'intérieur du cylindre, la plus proche possible de la paroi.

De cette façon, la température mesurée par la sonde est très proche de celle de la surface du cylindre.

La température des cylindres est indiquée par les afficheurs numériques des régulateurs. Afin de faire correspondre chaque cylindre avec son afficheur, les cylindres ont été numérotés comme indiqué ci-dessous (figure 41).

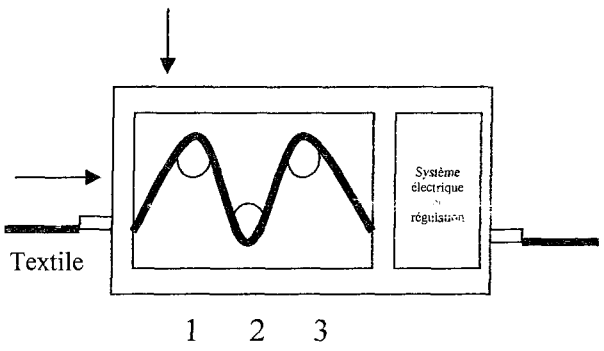


Figure 38 : numérotation des cylindres et parcours du textile dans l'enceinte

Figure 39 : les trois cylindres chauffants et les régulateurs

i. Température des cylindres

Afin de s'assurer que la température à la surface des cylindres était proche de celle indiquée par les régulateurs, nous avons mesuré la température de celle-ci à l'aide d'un pyromètre infrarouge et nous avons obtenu les courbes suivantes présentées en figures 43 et 44.

Les trois cylindres étant identiques nous avons réalisé les mesures sur les cylindres 1 et 3 et supposé que le comportement du cylindre 2 était identique.

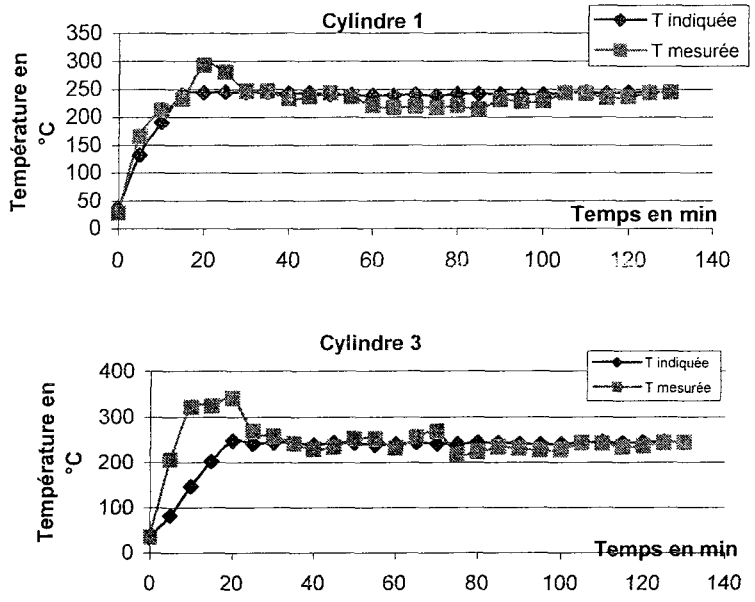


Figure 40 et 41 : comportement des cylindres 1 et 3 pendant le chauffage

Comme on peut le voir sur ces deux graphiques, le comportement des deux cylindres sont assez proches. Ce qui nous permet de penser que le comportement du cylindre n° 2 sera le même. De plus, il faut un temps assez long (près d'une heure) pour que la température des cylindres se stabilise. Dans l'ensemble des essais qui vont suivre, ce temps de préchauffage a été pris en compte

et appliqué.

ii. Parcours du textile dans l'enceinte et temps de traitement

Le parcours du textile dans l'enceinte est représenté dans le schéma ci-dessus (figure 38 p 64). La longueur totale de parcours du textile dans l'enceinte est de 88 cm et celle de contact avec la surface chauffante est de 32 cm. Ces dimensions ne sont pas optimales et nous obligent à utiliser des vitesses de défilement très faibles. Ces vitesses sont comprises entre 0 et 10 m / min.

b. Les ouvertures

i. Les sas d'entrée et de sortie du textile

Afin de permettre le défilement du textile dans l'enceinte, des fentes ont été réalisées dans les parois de l'enceinte. Elles mesurent 50 cm de large et 4 mm d'épaisseur. Afin d'éviter les fuites de micro-ondes par ces fentes, des caissons contenant un matériau absorbant les micro-ondes l'Eccosorb (voir fiche technique en annexe 2) ont été placés autour de ces fentes.

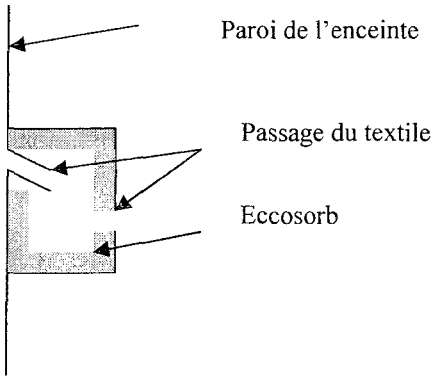


Figure 42 : sas de passage du textile dans l'enceinte

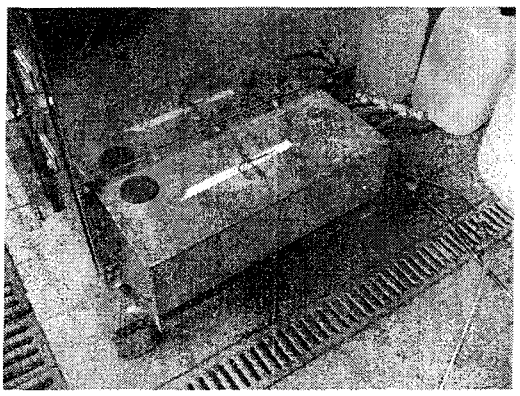


Figure 43 : sas d'entrée du textile dans l'enceinte

ii. La porte centrale

Afin de pouvoir accéder aux cylindres et mettre en place le tissu dans l'enceinte, celle-ci est équipée d'une porte centrale munie de piége à ondes.

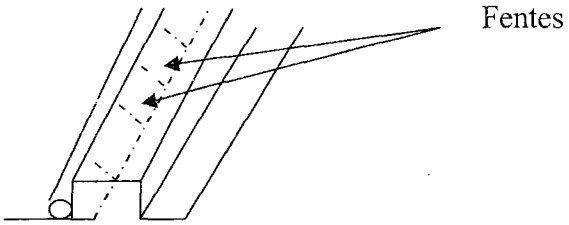


Figure 44 : forme des pièges à ondes placés sur la porte centrale

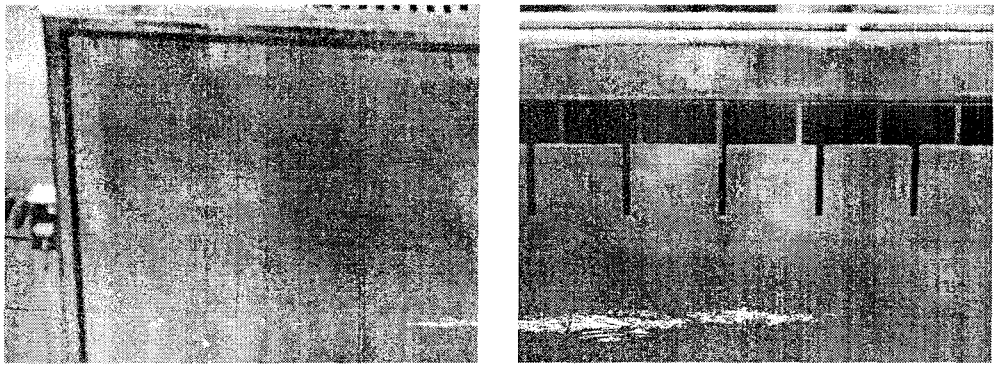


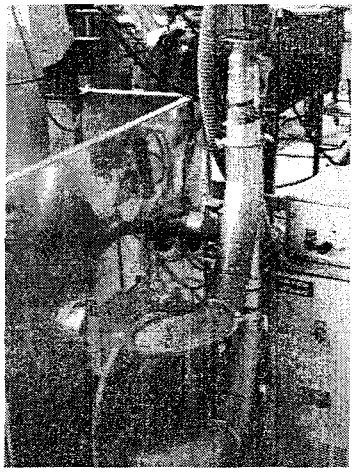
Figure 45 : Piéges à ondes sur la porte centrale de l'enceinte

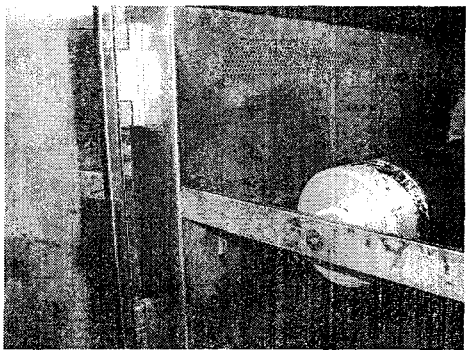
iii. La ventilation

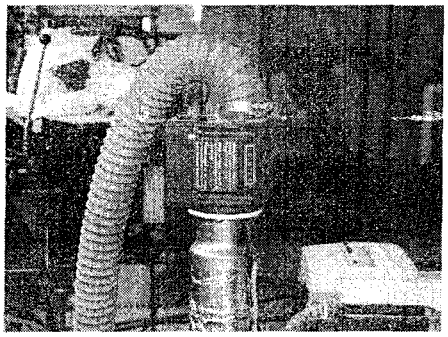
Lors du traitement des tissus dans l'enceinte micro-onde, l'eau qu'ils contiennent s'évapore et se condense sur la paroi métallique de l'enceinte et forment des taches sur les tissus. Pour éviter ce phénomène, un système d'extraction de la vapeur à vitesse variable a été placé sur la paroi supérieure de l'enceinte. Celle-ci a donc été percée de trou afin de laisser passer la vapeur. Afin d'éviter les fuites de micro-onde, un rapport entre la distance et la diamètre des trous doit être respecté.

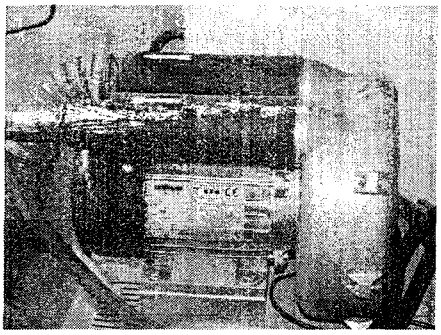
De plus, afin de maintenir une certaine température à l'intérieur de l'enceinte, il est possible d'y injecter de l'air chaud grâce à des ouvertures percées dans les parois verticales.

Figure 46 : ventilateur permettant l'évacuation de la vapeur d'eau


A


B


C


D

A : conduite d'air
B : trous permettant l'entrée de l'air dans l'enceinte
C : « Lester » permettant le chauffage de l'air
D : ventilateur

Figure 47 : Système de circulation d'air chaud à l'intérieur de l'enceinte micro-onde

iv. L'entrée des micro-ondes

L'entrée des micro-ondes se fait par une fenêtre rectangulaire percée dans l'enceinte. La colonne micro-onde est protégée contre les vapeurs ou les éventuelles projections par une petite

fenêtre en téflon.

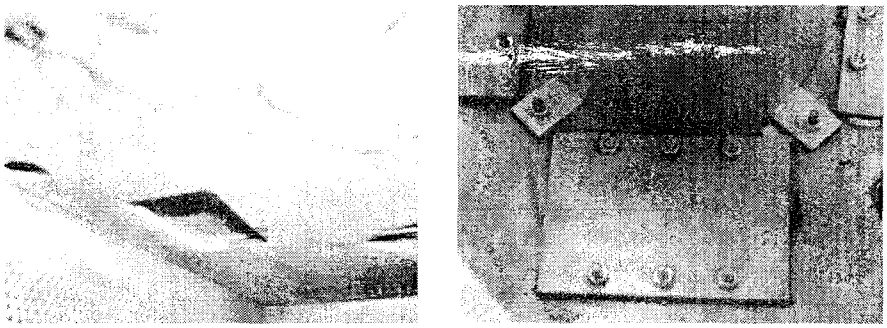


Figure 48 : fenêtre d'entrées de micro-ondes

Choix de la meilleure position

Le pilote présente quatre positions possibles pour l'entrée des micro-ondes. Le choix de la meilleure position de l'entrée des micro-ondes est décrit ultérieurement (paragraphe II.1.e.iv).

Position utilisée pour l'ensemble de l'étude

On fait entrer les micro-ondes perpendiculairement au défilement du tissu grâce à un guide d'onde rectangulaire. La position de l'entrée des micro-ondes nous a été imposée par l'encombrement de la machine (présence du système de ventilation).

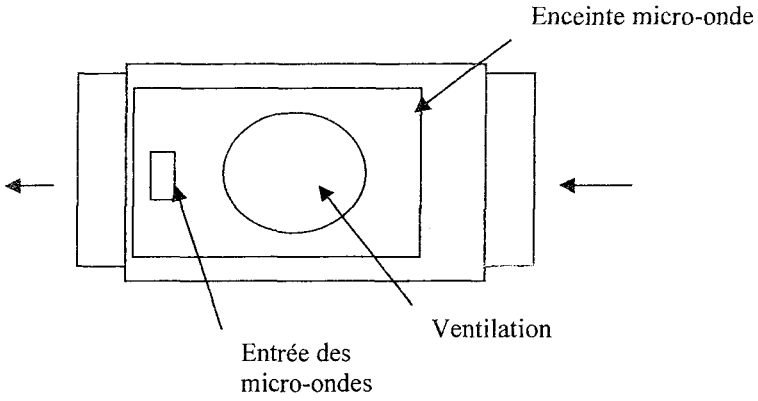


Figure 49 : vue de dessus de l'enceinte micro-onde

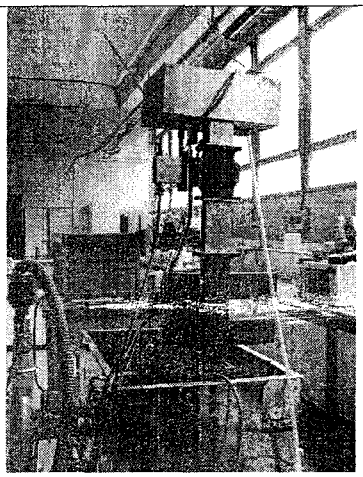


Figure 50 : position de la tête micro-onde

2. La source micro-onde

Les micro-ondes sont produites par un générateur à puissance variable fourni par la société MES technologies basée à Villejuif.

a. Présentation

Le générateur 2x2 kW thermique Micro-onde Energie Systèmes Technologies est équipé de :

1) Un coffret d'alimentation et de commande générale :

- Les commandes et signalisations sont regroupées sur la face avant.
- Les câbles d'alimentation, de sécurités et d'alimentation micro-ondes sont regroupés sur la face arrière.
- Les deux alimentations haute tension.

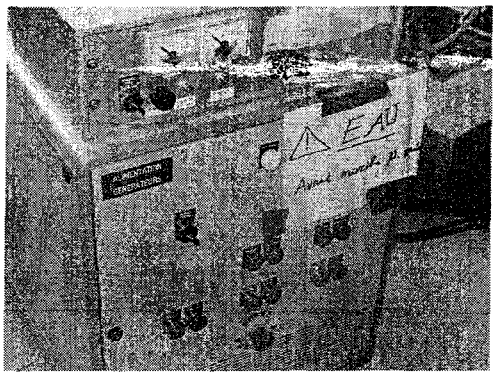


Figure 51 : coffret d'alimentation et de commande

2) Un coffret de commande « Modulateur de puissance » dont :

- Les commandes et signalisations sont regroupées sur la face avant.
- Les connecteurs de raccordement sont regroupés sur la face arrière.

3) Les deux têtes micro-ondes composées de :

- Un magnétron 2 kW réel refroidis par circulation d'air,
- Un transformateur filament assurant la mise en température (préchauffage / chauffage du magnétron),
- Le système de refroidissement (par air) et les protections de fonctionnement,
- Les connecteurs de raccordement reliant le coffret de commande aux deux têtes.

La sortie des micro-ondes est disponible sur le guide d'ondes WR 340 (guide d'ondes rectangulaire) équipé d'une bride standard.

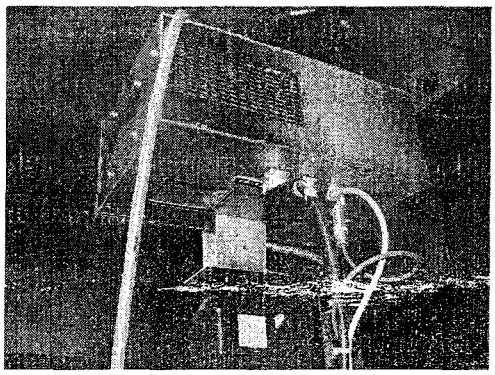


Figure 52 : Tête micro-onde

b. Caractéristiques techniques

Les caractéristiques techniques de la sources micro-ondes sont visibles en annexes 3.

3. Guides d'ondes

a. Guidage des ondes

Les guides d'ondes utilisés pour introduire les micro-ondes dans l'enceinte sont des guides d'ondes rectangulaires standards. L'installation est équipée d'un système de mesure des ondes réfléchies et d'un circulateur avec une charge d'eau.

Le circulateur est placé entre la source micro-ondes et le circuit d'utilisation, et sert à protéger le magnétron des réflexions d'ondes, tout en ne perturbant pas l'onde incidente émise par le magnétron en direction de l'applicateur contenant le matériau à traiter. La figure ci-dessous donne la représentation d'un circulateur en Y à trois voies. Un circulateur est un hexapôle. Il comporte trois voies à 120° les unes des autres autour d'un corps central où se trouvent les éléments qui confèrent au circulateur sa non réciprocité. Les circulateurs réalisent une transmission des ondes par substitution cyclique. En effet, quand un champ magnétique transversal lui est appliqué, il se crée dans la partie centrale un champ interne qui est tel qu'une onde entrant par la voie 1, 2 ou 3 ne peut ressortir respectivement que par la voie 2, 3 ou 1 [104].

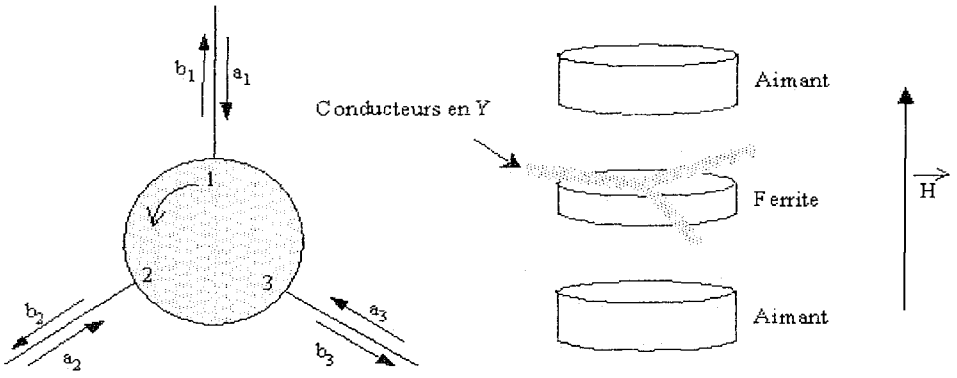


Figure 53 : schéma de principe d'un circulateur micro-onde

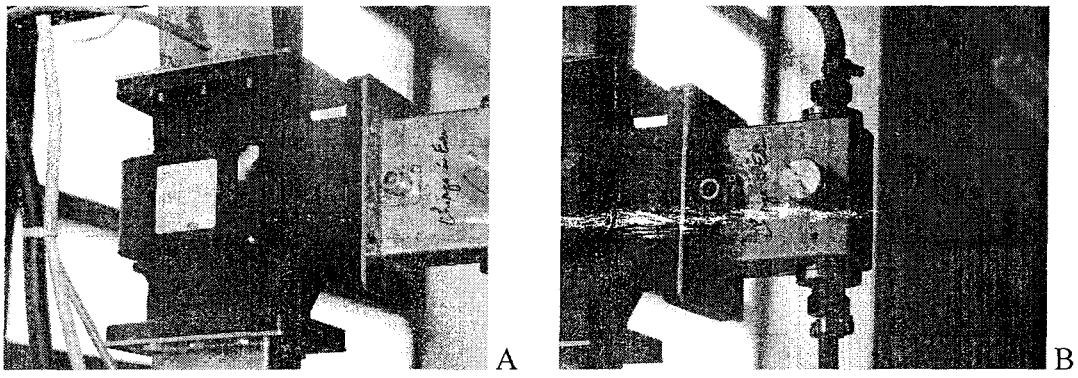


Figure 54 : Circulateur (A) et charge à eau (B)

L'installation est également équipée d'un résonateur multi-stub qui permet d'avoir un couplage optimal entre l'enceinte, le matériau à traiter et les ondes. On adapte l'impédance en déplaçant des tiges métalliques dans le résonateur.

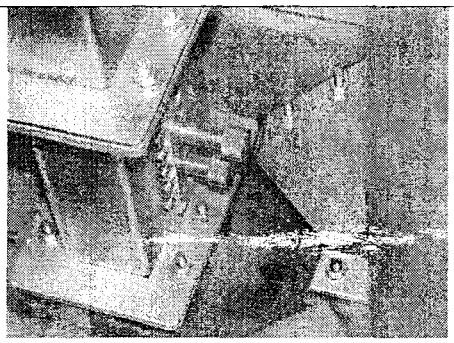


Figure 55 : résonateur

b. Mesure des ondes réfléchies

Comme indiqué précédemment, l'installation est munie d'un système de mesure de la puissance réfléchie. Ceci nous permettra de déterminer la position optimale de l'entrée des micro-ondes et la position optimale des pistons sur le résonateur. La mesure se fait sur le guide d'ondes avant le circulateur grâce à un capteur.

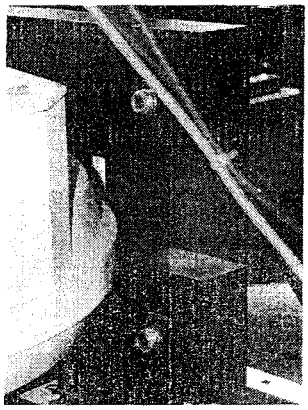


Figure 56 : Capteur permettant la mesure des ondes réfléchies

Pour des raisons techniques, nous ne disposerons pas pour l'ensemble des essais d'un indicateur donnant la valeur de la puissance réfléchie directement, mais d'un indicateur à aiguille qui nous donne le taux d'ondes réfléchies et qu'il a été nécessaire d'étalonner grâce à l'abaque ci-dessous.

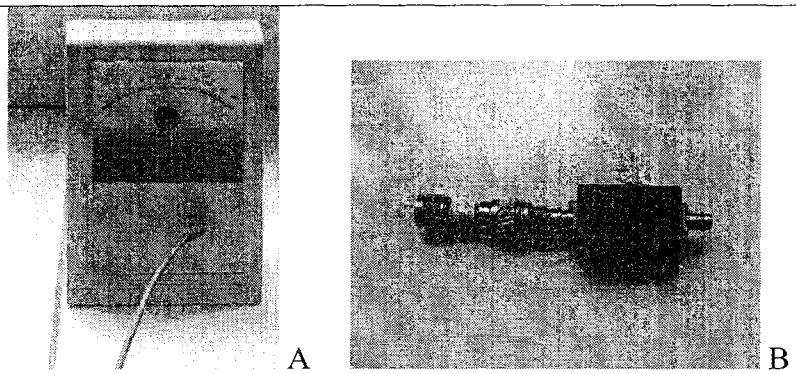


Figure 57 : équipement pour la mesure des ondes réfléchies (A : indicateur, B : atténuateur)

c. *Abaque*

Mode opératoire :

De manière à étalonner l'indicateur de puissance réfléchie, nous plaçons un réflecteur au niveau de l'entrée des micro-ondes dans l'enceinte de façon à ce que l'ensemble des ondes émises par le générateur soit réfléchi vers le capteur. On regarde ensuite le taux d'ondes réfléchies en fonction de la puissance émise.

1) on règle la puissance émise souhaitée (Pmax),
2) on règle l'atténuateur du capteur de façon à être à 100%
3) on diminue la puissance émise et on note le taux d'ondes réfléchies correspondant.

Abaque

On réalise les mesures pour Pmax = 400 W, 600 W, 800 W, 1000 W, 1200 W et on fait varier la puissance émise tous les 40 W. On obtient le graphique suivant.

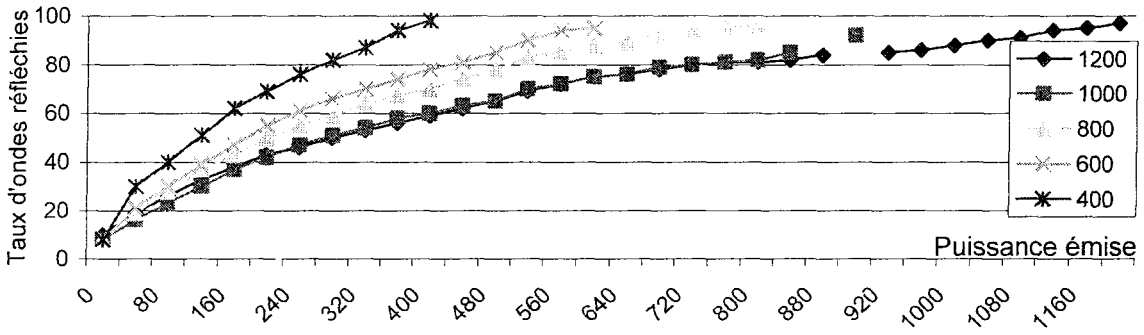


Figure 58 : taux d'ondes réfléchies en fonction de la puissance émise

4. Choix de la meilleure position

La présence de cylindres métalliques dans l'enceinte micro-onde crée des réflexions d'ondes importantes. Afin de réduire au maximum ces réflexions nous avons le choix entre quatre positions pour faire entrée les micro-ondes dans l'enceinte.

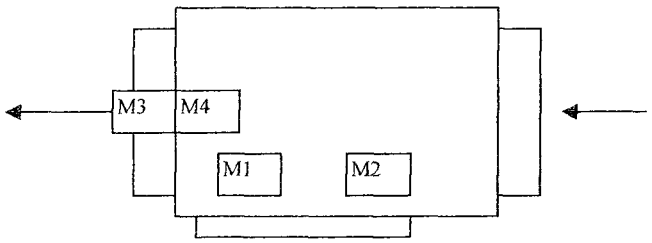


Figure 59 : positions possibles de l'entrée des micro-ondes dans l'enceinte

Pour les positions M1, M2 et M4, la propagation des micro-ondes se fait perpendiculairement au textile. Dans la position M3, l'injection des micro-ondes est parallèle au défilement du textile.

Nous avons mesuré le taux d'ondes réfléchies en fonction de la puissance émise pour chacune de ces quatre positions.

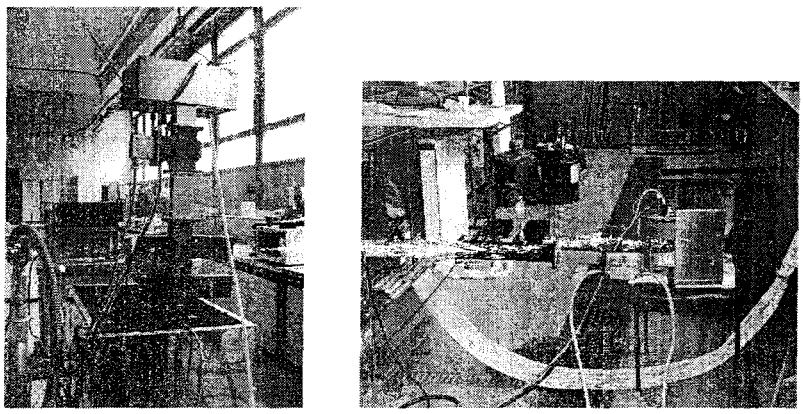


Figure 60 : position verticale et horizontale de la colonne micro-onde

Mode opératoire

On fait défiler le tissu en polyester foulardé avec le bain de teinture à une vitesse de 10 cm par minute, sans chauffer les cylindres.

Pour cet essai on n'utilise pas le résonateur.

Résultats

Le tableau suivant présente les valeurs des puissances réfléchies en fonction de la puissance

micro-onde émise et la position du magnétron.

Positions	*Puissance émise*	*Valeurs / puissance réfléchies*
M1	1200 W	80 / 700 W
	800 W	78 / 480 W
	400 W	60 / 100 W
M2	1200 W	65 / 480 W
	800 W	60 / 250 W
	400 W	60 / 120 W
M3	-	Quelque soit la puissance, il y a de nombreux arcages et la base du guide d'onde devient très chaude.
M4	1200 W	55 / 350 W
	800 W	65 / 300 W
	400 W	60 / 120 W

Il semble donc que la position M4 soit celle qui convienne le mieux. Le taux de réflexions des ondes reste important. L'utilisation du résonateur devrait permettre de réduire ce phénomène.

V. DEFILEMENT DU TISSU ET FOULARDAGE

La vitesse de défilement du tissu dans l'enceinte et sa vitesse de foulardage sont indépendantes.

Le foulardage est effectué sur un foulard vertical de marque ERNST BENZAG dont la vitesse peut varier de quelques centimètres à quelques dizaines de mètres par minute.

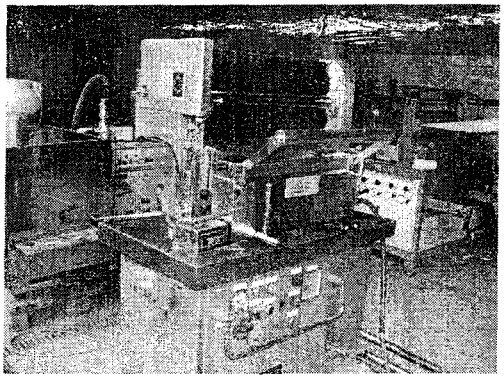


Figure 61 : foulard vertical utilisé pour l'étude

La pression entre les cylindres se règle manuellement grâce à un levier et s'évalue grâce à

un repère gradué de 0 à 10.

La traction du textile dans l'enceinte est assurée par un deuxième foulard. Il s'agit d'un foulard horizontal équipé d'un variateur fréquence tension permettant de faire varier la vitesse de rotation des cylindres. Cette vitesse nous est donc donnée par la valeur indiquée par le variateur.

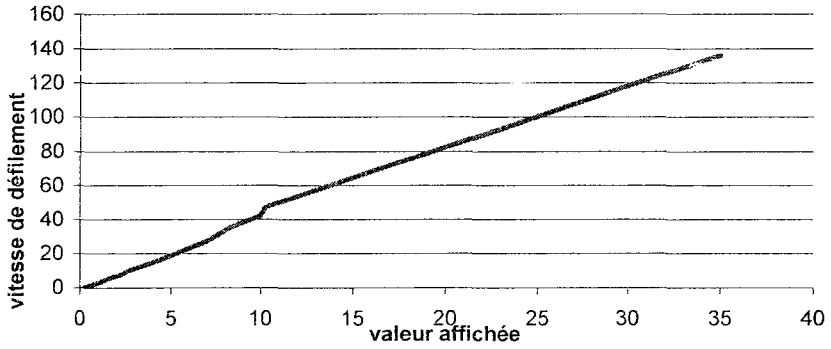


Figure 62 : vitesse de défilement en cm en fonction de la valeur affichée

On peut donc ainsi fixer indépendamment la vitesse de foulardage (dont dépend le taux d'emport du bain par le textile) et la vitesse de défilement.

Dans l'ensemble des essais suivants, la vitesse de défilement du textile dans l'enceinte sera réglée de façon à ce qu'il n'y ait pas de tension sur le textile.

B. ETUDE DE FAISABILITE

Dans ce chapitre, nous allons voir les autres possibilités de traitements offertes par les micro-ondes grâce à quelques exemples d'essais de faisabilité réalisés suivant le procédé décrit au chapitre II.A.

Dans le chapitre suivant, nous allons étudier de façon détaillée la teinture du polyester en colorants dispersés sous champ micro-onde.

I. POST-TRAITEMENT DU POLYESTER

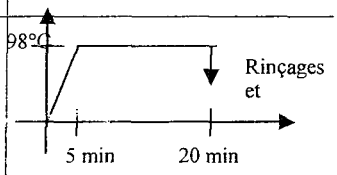
Comme dit dans le chapitre I.C.III.2 le dépouillement consiste à éliminer les colorants dispersés non fixés sur la fibre. Nous nous sommes demandé s'il était possible de réaliser ce post-traitement à la continue à l'aide des micro-ondes. L'intégralité du procédé de teinture du polyester serait alors assurée par les micro-ondes.

Pour ces essais, nous avons utilisé une méthode de dépouillement classique puisque nous avons réalisé le dépouillement en milieu alcalin en présence de dithionite de sodium ($Na_2S_2O_4$).

1. Mode opératoire utilisé :

Le tissu à dépouiller est préalablement teint avec le colorant dispersé rouge Foron RD-GL à l'aide de la méthode micro-onde durant 2 minutes sur les cylindres préchauffé à 200°C.

Mode opératoire :

	Dépouillement micro-onde		Dépouillement en plein bain
Bain	*Bain 1 :* 40 g/kg $Na_2S_2O_4$ 1 g/kg NaOH	*Bain 2 :* 40 g/kg $Na_2S_2O_4$ 4 g/kg NaOH	40 g/kg $Na_2S_2O_4$ 40 g/kg NaOH
RdB *	1/1		1/20
Conduite	puissance 1200 W, avec une exposition aux micro-ondes de 2 minutes		
Température	température ambiante, 150°C et 180°C		80°C

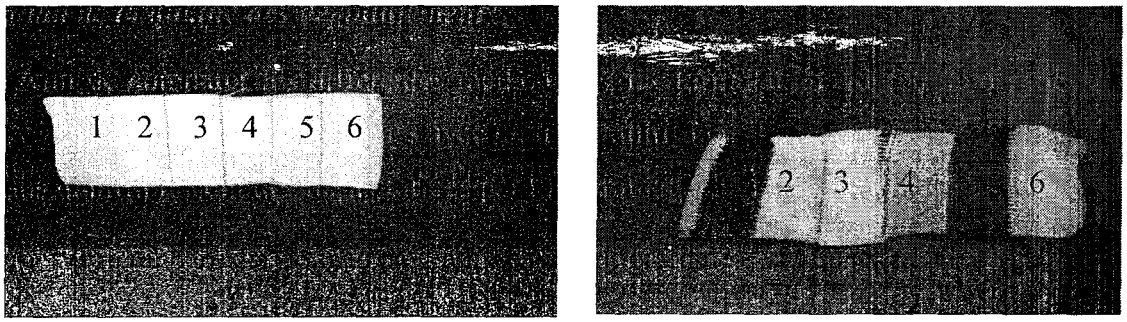
* : Rapport de bain

La composition du bain est donnée en gramme par kilogramme de matière traitée.

Evaluation de la qualité des dépouillements

Afin de comparer les différentes méthodes et les formulations, des tests de solidité lavage ISO 3 (voir annexe 7) ont été effectués avec un tissu multifibres.

Les tissus multifibre sont des tissus formés par l'assemblage de différentes matières.



1 : Laine	4 : Polyamide
2 : Acrylique	5 : Coton
3 : Polyester	6 : Acétate

Figure 63 : tissus multifibre utilisé pour faire les tests de solidité aux lavages

Les fibres ayant une affinité différente pour chaque famille de colorant, ces tissus sont employés lors des tests de solidités au lavage afin de quantifier le tâchage du colorant de la matière testée sur chacune de ces fibres.

Remarque : Lors des tests de solidité aux lavages, on observe également la dégradation de nuance, c'est-à-dire si l'intensité de la couleur du tissu teint à diminuer ou non après lavage.

Pour l'ensemble des essais dont les résultats sont présentés ci-dessous, aucune dégradation de nuance n'a été constatée. C'est pourquoi cette donnée n'est pas présentée dans le tableau (figure 67).

2. Résultats

Le tableau ci-dessous présente les cotations de dégorgement sur les matières contenues dans le tissu multifibres en fonction du mode de dépouillement effectué et du bain utilisé.

Les cotations s'étendent de 1 à 5 : 1 : dégorgement important ; 5 : pas de dégorgement.

Matières	Coton	Laine	Acrylique	Acétate	Polyamide	Polyester
180°C-form. 1	5	5	5	3	3	4
180°C-form. 2	5	5	5	4-5	4-5	5
150°C-form. 1	5	5	5	2	2	3-4
150°C-form. 2	5	4-5	5	2-3	2-3	4
25°C-form. 1	5	4-5	5	2	2	4
25°C-form 2	5	5	5	3	2-3	4-5
Dépouillement classique	5	5	5	3	3	4
Matière non dépouillée	5	4-5	5	1-2	1-2	4

Figure 64 : Cotation du dégorgement du polyester après lavage ISO 3 en fonction du dépouillement.

Pour le traitement à 180°C avec la formulation 2, on remarque que le tissu dépouillé est plus brillant que celui dépouillé avec la formulation classique.

L'utilisation des micro-ondes seule avec la formulation 2 permet d'obtenir des solidités équivalentes au dépouillement classique en seulement deux minutes de traitement. Lorsque l'on augmente la température, on améliore les résultats à la fois en termes de solidités et en termes de brillance des fibres.

Comme nous l'avons vu au chapitre I.A, l'utilisation des micro-ondes permet d'accélérer les réactions chimiques. Cet effet est confirmé par cet essai, puisque les micro-ondes permettent une réduction plus rapide et plus efficace des colorants. Des essais complémentaires seraient nécessaires afin de déterminer les quantités optimales de réactifs à introduire dans le bain.

II. PREPARATION DU COTON

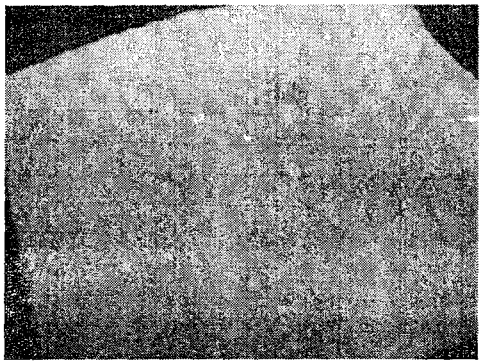
1. Débouillissage du coton

Les essais sur coton ont été réalisés avec un tissu d'armure toile écru 100% coton de 120 g/m².

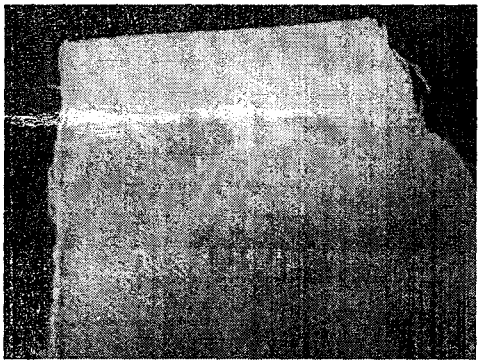
Evaluation de la qualité du traitement

Pour vérifier l'efficacité du débouillissage et donc voir si la matière est hydrophile, nous pratiquons un test très simple qui consiste à déposer une goutte d'eau sur la matière :

- si elle est débouillie, la goutte pénètre instantanément,
- sinon, la goutte reste en surface.



Matière non débouillie



Matière débouillie

Figure 65 : Vérification de la qualité du débouillissage

Mode opératoire

Nous avons foulardé le tissu avec un taux d'emport de 70% puis l'avons soumis au champ micro-ondes avec une puissance de 900 W pendant 3min. Ce traitement est suivi d'un rinçage à l'eau chaude puis de deux à l'eau froide.

Produits	***Fonction***	***Quantité (g/L de bain)(g/kg de matière)***		
		Bain 1	Bain 2	Bain 3
Mercerisin OR	mouillant	10 (7 g/kg)	10 (7 g/kg)	10 (7 g/kg)
NaOH	lessive	250 (175 g/kg)	150 (105 g/kg)	100 (70 g/kg)
Na_2CO_3	alcaline	6 (4,2 g/kg)	6 (4,2 g/kg)	6 (4,2 g/kg)

Résultats

L'augmentation de la quantité d'hydroxyde de sodium permet d'augmenter l'hydrophilie du coton mais diminue sa résistance à la déchirure. La quantité optimale d'hydroxyde de sodium permettant d'avoir un dépouillement suffisant tout en maintenant des propriétés mécaniques correctes est de 150 g/L (105 g/kg).

Au cours de ces essais, nous avons remarqué que lorsque les rouleau sont exposés pendant une durée suffisante aux micro-ondes, sa surface s'échauffe jusqu'à atteindre une température d'environ 50°C. Ce phénomène permet d'améliorer les résultats obtenus.
Il faudrait par la suite essayer d'augmenter la vitesse de défilement.

2. Blanchiment oxydant du coton

La qualité du blanchiment est évaluée grâce à la mesure du degré de blanc. Pour cela, nous

utilisons une des fonctions du spectrophotomètre MS 2020 PL (cf annexe 11).

Cet appareil mesure le degré de blanc par rapport à un échantillon de référence. Ce degré de blanc peut s'échelonner de 0 à 100. Plus l'échantillon est blanc et plus la valeur du degré de blanc est élevée.

Pour nos essais, nous mesurons le degré de blanc CIE avec l'illuminant D65 qui est l'illuminant correspondant à la lumière du soleil. Le système calcule les composantes trichromiques de l'échantillon et ses coordonnées CIELAB (x, y, z). Il en dérive une valeur d'indice de blanc CIE grâce à la formule suivante :

$$WI\ CIE = y + 800 . (x_n - x) + 1700 . (y_n - y)$$

avec $x_n = 0,3138$

$y_n = 0,3309$

a. Essais réalisés sur four ménager

Pour les essais réalisés sur four ménager, nous avons utilisé un fil de coton écru sous la forme d'échevettes de 50 mètres préalablement débouillies par le procédé classique en plein bain avec un rapport de bain de 1/40 à 98°C pendant 30 minutes.

Formulation du bain : - 3 g/l de mercerisin OR (= 120 g/kg)
- 3 g/l de carbonate de sodium (= 120 g/kg)
- 1,5 g/l d'hydroxyde de sodium (38°Be) (= 60 g/kg)

Les échantillons blanchis sous micro-onde sont foulardés puis posés sur une grille dans le four ménager. La puissance utilisée est de 900W. Afin d'avoir un point de comparaison, un blanchiment classique en plein bain a été réalisé. Tous les échantillons blanchis subissent ensuite les mêmes étapes de finissage c'est-à-dire un rinçage à l'eau épurée froide suivi d'une neutralisation avec 1 g/l d'acide acétique, puis un second rinçage à l'eau épurée froide.

	Blanchiment classique	***Blanchiment micro-onde***
Bain :		
H_2O_2	6 mL/L (240 g/kg)	250 mL/L (235,5 g/kg)
NaOH	4 mL/L (160 g/kg)	4 mL/L (3,8 g/kg)
Na_2SiO_3	4 mL/L (160 g/kg)	4 mL/L (3,8 g/kg)
$MgCl_2$	0,2 g/L (0,8 g/kg)	0,2 g/L (0,19 g/kg)
RbB	1/40	1/0,95
Conduite	20 min à 60°C montée de 20 min jusqu'à 80°C 20 min à 80°C 30 min à 90°C	exposition à 900W pendant 90s, 120s, 150s, 180s ou 300s

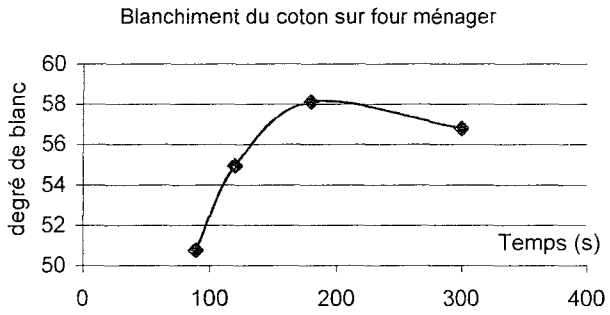


Figure 66 : Degré de blanc en fonction du temps d'exposition aux micro-ondes (900 W) sur four ménager

Comme on le voit sur le graphique ci-dessus, le temps d'exposition aux micro-ondes ne doit pas excéder 3 min, au delà, il y a jaunissement de la fibre et donc dégradation importante de celle-ci.

De plus, le degré de blanc obtenu par le procédé classique est de 69,02. Les résultats obtenus sur four ménager sont bien inférieurs, nous décidons donc d'augmenter la quantité d'agent de blanchiment.

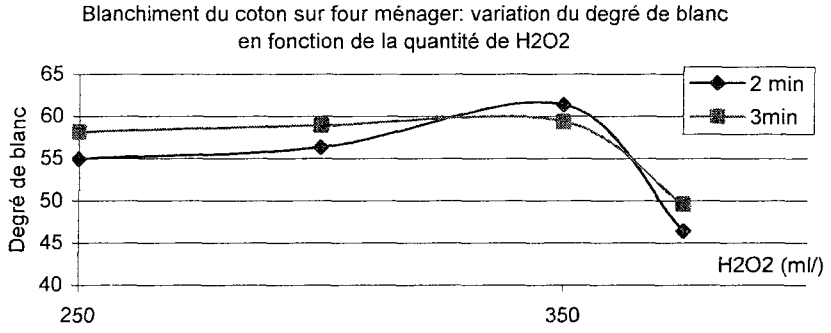


Figure 67 : Degré de blanc en fonction de la quantité d'eau oxygénée pour des temps d'exposition

L'augmentation de la quantité d'agent de blanchiment permet d'augmenter légèrement le degré de blanc mais diminue fortement les propriétés mécaniques du coton. De plus, si nous augmentons encore la concentration en eau oxygénée du bain de foulardage les échantillons noircissent et brûlent.

Afin d'obtenir des articles de grand blanc, nous décidons d'utiliser des azurants optiques et de diminuer la quantité d'eau oxygénée afin de préserver les propriétés mécaniques du coton. L'azurant optique est un colorant bleuté qui donne à la matière traitée un aspect blanc-bleuté auquel l'œil est plus réceptif qu'à l'habituel blanc-rouge du coton.
4 g/l de l'azurant optique uvitex 4313 est donc ajouté au bain de blanchiment.

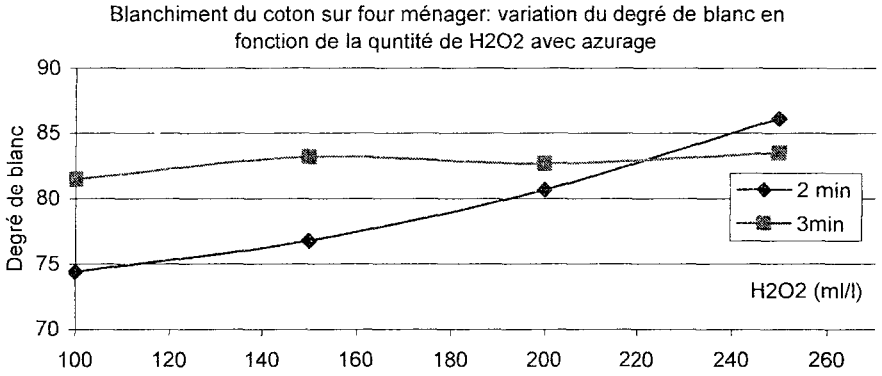


Figure 68 : Degré de blanc en fonction de la quantité d'eau oxygénée pour des temps d'exposition aux micro-ondes (900 W) de 2 et 3 min sur four ménager avec azurage

L'utilisation d'un azurant optique permet d'obtenir des degrés de blanc satisfaisants tout en maintenant les propriétés mécaniques du coton.

Nous allons maintenant transposer ces résultats à la continue sur la ligne pilote.

b. Essais réalisés sur la ligne pilote

Nous suivons le procédé décrit en chapitre II.B et reprenons la formulation utilisée sur four ménager en faisant varier la concentration en eau oxygénée et en travaillant soit à température ambiante, soit en préchauffant les cylindres à 130 °C.

Cette fois, nous avons utilisé le même tissu que pour le débouillissage à la continue sous micro-onde (II.1.), préalablement débouilli en plein bain comme au II.2.a.
Afin d'avoir un point de comparaison nous avons réalisé un blanchiment témoin en plein bain selon le procédé décrit en II.2.b. Le degré de blanc obtenu par cette méthode est de 58,56.

Le temps de traitement dans l'enceinte micro-onde est de trois minutes.

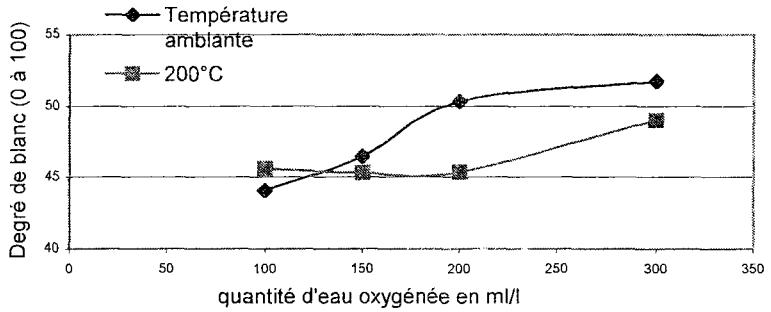


Figure 69 : degré de blanc en fonction de la température des cylindres et de la quantité d'eau oxygénée

Il semble une nouvelle fois inutile de chauffer. Bien que les résultats avec 200 et 300 ml/l soient supérieurs à ceux obtenus avec 150 ml/l d'eau oxygénée, le gain en degré de blanc par rapport au coût en eau oxygénée reste médiocre et ne présente pas beaucoup d'intérêt.

Les résultats restant médiocres, nous avons tenté d'azurer notre tissu de coton afin d'obtenir un grand blanc.
Même si l'azurage permet d'augmenter les degrés de blanc indiqués par le colorimètre (>80), le coton garde un aspect jaunâtre. En effet, nous ne voyons que peu de différence à l'œil entre les échantillons azurés et les non azurés.

Ces essais nous permettent de constater que le passage d'essais réalisés sur de très petits échantillons à des échantillons de trente centimètres de large n'est pas sans surprise.
Il faudrait par la suite vérifier l'efficacité de mouillants, de stabilisants, de désaérateurs...ainsi que de faire varier les temps de traitements.

c. Décomposition de l'eau oxygénée sous micro-ondes

Nous avons voulu observer la dégradation de l'eau oxygénée sous champ micro-onde avec ou sans la présence d'un tissu de coton préalablement débouilli. Le graphe ci-dessous représente le dosage de la décomposition de l'eau oxygénée en fonction du temps d'exposition aux micro-ondes.

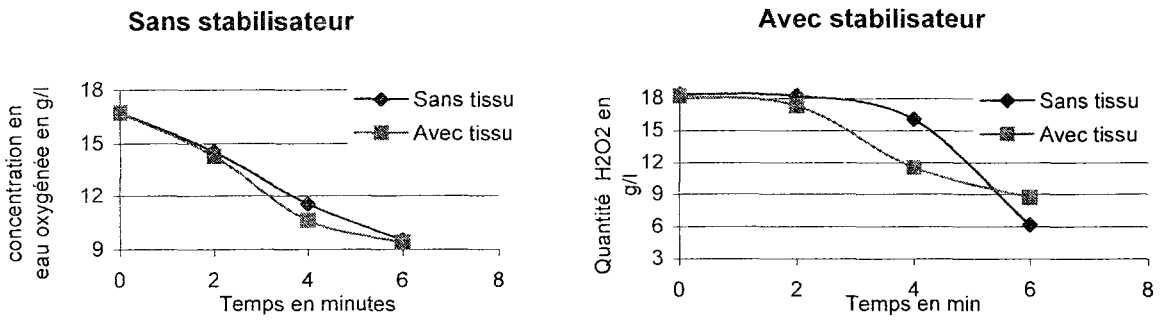


Figure 70 : Décomposition de l'eau oxygénée en fonction du temps d'exposition aux micro-ondes (four ménager 900 W) avec ou sans contact avec un tissu en coton préalablement débouilli avec ou sans ajout de stabilisateur permettant de ralentir la décomposition de l'eau oxygénée

Pour obtenir ce graphe nous avons suivi le mode opératoire suivant :

Nous avons placé 250 ml de bain contenant 16 g/l de peroxyde d'hydrogène avec un pH de 9 – 10 (pH habituelle du blanchiment du coton) dans un récipient en polypropylène et nous l'avons exposé aux micro-ondes et effectué le dosage par le permanganate de potassium en milieu acide de l'eau oxygénée à t=0, 2, 4 et 6 minutes avec et sans tissu. Pour le second tracé, 8 ml/l stabilisateur ont été ajoutés.

L'équation de dosage est la suivante :

$$MmO_4^- + 8H^+ + 5e^- \leftrightarrow Mm^{2+} + 4\,H_2O$$

$$H_2O_2 \leftrightarrow O_2 + 2H^+ + 2e^-$$

$$2MnO_4^- + 5H_2O_2 + 6H^+ \leftrightarrow 2\,Mm^{2+} + 8H_2O + 5O_2$$

A l'équivalence : $2\,[H_2O_2] * V_0 = 5\,[MnO_4^-] * Veq$

Comme on peut le voir, l'eau oxygénée se décompose très rapidement sous champs micro-onde avec ou sans la présence de stabilisateur et la part consommée par la réaction de blanchiment, même si celle-ci augmente en présence du stabilisateur, est faible.

Les micro-ondes semblent donc agir sur la décomposition de l'eau oxygénée sans favoriser la réaction de blanchiment ce qui entraîne une consommation de réactifs importante. Les paramètres du traitement tels que pH, produits auxiliaires, temps et puissance d'exposition aux micro-ondes sont donc à optimiser de façon à obtenir des conditions plus favorable.

III. TEINTURE DU COTON

1. Avec les colorants directs

a. Essais réalisés sur four ménager

Les essais ont été réalisés sur les échevettes décrites précédemment (paragraphe II) préalablement débouillis et blanchis par les procédés classiques en plein bain décrits dans les paragraphes II.1 et II.2.

Pour teindre le coton en colorant direct, le bain se compose généralement du ou des colorants, d'un mouillant, d'un agent de rendement : le sel et d'un agent d'unisson : le carbonate de sodium. Le rôle du mouillant étant de faciliter l'imprégnation de la matière, son utilité dépend avant tout de la qualité du coton et ainsi que de sa préparation. Ici, nous avons utilisé le Sandozol KB produit par Sandoz. Nous avons décidé d'observer l'influence des agents de rendement (NaCl) et d'unisson (Na_2CO_3) sur la qualité des teintures. Le colorant utilisé est le Orange Sirius 3 GDLL.

La hauteur de ton est évaluée par la mesure colorimétrique de la luminosité L comme décrit dans l'annexe 11. La luminosité est une valeur qui s'étend de 0 à 100. Plus celle-ci est basse plus le support mesuré est foncé.

	Teinture classique	*Teinture micro-onde*	
Bain :			
Orange Sirius 3GDLL	3 %	3 %	3 %
Sandozol KB	40 ml/kg	1 ml/kg	1 ml/kg
NaCl	200 g/kg	x g/kg	20 g/kg
Na_2CO_3	20 g/kg	0,5 g/kg	y g/kg
RdB	1/40	1/1	
Conduite	- montée lente de 40 à 95°C - 30 min 95°C - 30 min à 80°C	2 min d'exposition aux micro-ondes (900W) sur la grille	
Post-traitement	rinçage à l'eau dure	rinçage à l'eau dure	
Luminosité	50,96	Cf graphe ci-dessous	

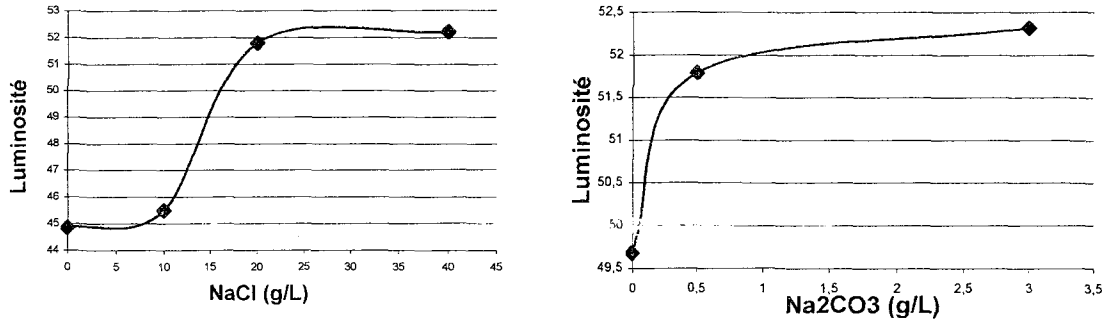


Figure 71 et 72 : Influence de l'agent de rendement et de l'agent d'unisson sur la teinture du coton en colorant direct par micro-ondes

Comme nous pouvons le voir sur les deux graphiques ci-dessus, les agents de rendement est d'unisson ont un rôle néfaste sur le rendement tinctorial. Il est donc préférable de les supprimer. Ainsi, l'utilisation des micro-ondes pour la teinture en colorant direct permet d'obtenir des rendements tinctoriaux légèrement supérieurs à ceux obtenus classiquement (luminosité de 45 par micro-onde et de 50 en plein bain) et donc de supprimer les produits auxiliaires de teinture nécessaires en plein bain.

De plus, les solidités aux lavages des tissus teints par micro-ondes sont équivalentes à celles des tissus teints classiquement. Les cotations sont de 3-4 sur coton et de 4 sur laine pour un lavage ISO 2 dans les deux cas.

b. Essais réalisés sur la ligne pilote

Les essais ont été réalisés sur le même tissu décrit précédemment (paragraphe II) préalablement débouilli et blanchi par les procédés classiques en plein bain décrits dans les paragraphes II.1 et II.2.

Pour la teinture avec les colorants directs, le protocole est fidèlement transposable à la teinture avec le pilote semi-industriel. Les échantillons sont donc foulardés puis soumis au champ micro-ondes avec un temps de traitement de 90 secondes. L'unisson et les solidités aux lavages obtenus sont équivalents à ceux obtenus classiquement.

2. Avec les colorants réactifs

a. Essais réalisés sur four ménager

Les essais ont été réalisés sur les échevettes décrites précédemment (paragraphe II)

préalablement débouillies et blanchies par les procédés classiques en plein bain décrits dans les paragraphes II.1 et II.2.

Pour teindre le coton en colorant réactif, le bain se compose généralement du ou des colorants, d'agents alcalins : l'hydroxyde de sodium et le carbonate de sodium, d'un mouillant, d'un agent de rendement : le sel (chlorure de sodium), et d'un agent anti-migrant. Le rôle du mouillant étant de faciliter l'imprégnation de la matière, son utilité dépend avant tout de la qualité du coton et ainsi que de sa préparation. Il existe de nombreuses classes de colorants réactifs. On peut les classer selon leur réactivité mais aussi selon leur solubilité, ou leur caractère écologique, développés ces dernières années. Nous allons donc tester quatre colorants de classes différentes afin de voir lequel est le plus adapté à notre procédé.

Comme précédemment, les échantillons teints classiquement ou par micro-ondes subissent les mêmes étapes de finissages, un rinçage à l'eau épurée froide, puis un rinçage à l'eau épurée chaude, un savonnage pendant 20 min à 80-100°C et un autre rinçage à froid.

Cette fois, nous utilisons pour réaliser l'échantillon témoin un procédé à la continue, le procédé pad-steam qui consiste en un foulardage suivi d'une fixation par vaporisage à 105°C en atmosphère de vapeur saturée pendant 1 min 30.

En ce qui concerne les échantillons réalisés dans le four ménager, des essais préliminaires ont montré qu'il était nécessaire de préchauffer le plat crisp à 100°C afin d'obtenir un taux de fixation du colorant satisfaisant.

Formulation du bain :

Produits	***Fonction***	***Quantités***
Bleu cibacrone C-R	Colorant pour procédé à la continue	30g/L (3%)
Ecarlate drimarène X-2GN	Colorant faiblement réactif	
Rouge brillant drimarène K-8B	Colorant fortement réactif	
Ecarlate cibacrone LS-2G	Colorant écologique	
Invadine PBN (Huntsman)	Mouillant	0,5 g/L (0,5 g/kg)
Irgapadol MP (Hunstman)	Anti-migrant	10 g/L (9,5 g/kg)
Sel (NaCl)	Agent de rendement	50 g/L (47,5 g/kg)
Carbonate de sodium (Na_2CO_3)	Agents alcalins	10 g/L (9,5 g/kg)
Hydroxyde de sodium (NaOH)		2 mL/L (1,9 ml/kg)
		= pH 8-9

A la suite de plusieurs tests réalisés avec ces différents colorants, nous avons choisi de poursuivre nos essais avec le bleu cibacrone C-R. En effet, l'écarlate X-2GN présente un mauvais rendement. L'écarlate LS et le rouge K-8B donnent de bon rendement mais les bains se conservent

mal. De plus, le coton que nous utilisons étant correctement préparé, l'ajout du mouillant s'est avéré inutile.

Nous avons également décidé d'observer l'influence des agents de rendement et anti-migrant sur la qualité des teintures.

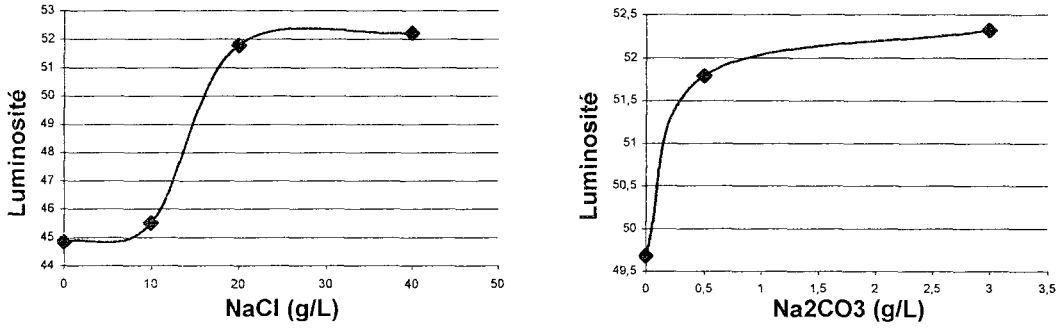


Figure 73 et 74 : Luminosité en fonction de la quantité de sel et d'anti-migrant pour la teinture du coton en colorant réactif avec 2 min d'exposition dans le micro-onde ménager (900W)

Les deux graphiques ci-dessus montrent que l'utilisation des PAT (agent de rendement et d'unisson) semble plutôt néfaste au rendement tinctorial. De plus, l'unisson est très bon quelque soit la quantité de produits auxiliaires ajoutée aux bains.

b. Adaptation des résultats obtenus sur pilote

Nous avons tout d'abord repris la formulation retenue avec les tests sur four ménager ainsi que le mode opératoire en utilisant un temps de traitement de 2 min.
Les colorants utilisés sont les Cibacrone C puisqu'ils sont les plus adaptés à la teinture à la continue. Nous avons préchauffé les cylindres à 100°C à la surface à l'aide des résistances.

La fixation du colorant s'est révélée insuffisante. Nous avons donc chauffé les rouleaux à 150°C et avons obtenu de meilleurs résultats. Cependant le rendement reste insuffisant. De plus, seule la bande centrale du tissu a été teinte : il y a un effet de bords.

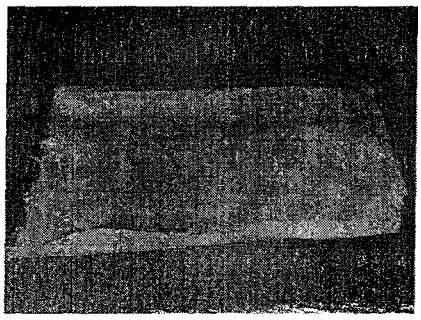


Figure 75 : Coton teint avec le rouge cibacrone C présentant des effets de bord

Afin d'augmenter le rendement, nous avons essayé de réintroduire un agent de rendement au sein de la formulation : le chlorure de sodium.
Son rôle n'avait pas été prouvé lors des tests sur four ménager, il avait été supprimé.

Nous avons essayé d'exposer le tissu aux micro-ondes sans préchauffage des rouleaux, la fixation du colorant se fait correctement au centre du tissu mais pas sur les bords.

De même, un contact avec les rouleaux préchauffés à 100°C sans exposition aux micro-ondes permet de teindre le centre du tissu mais pas les côtés. Cet effet de bord est résolu par l'action combinée du chauffage et du bombardement micro-onde.

Ainsi comme le montre la photo ci-dessous, l'ajout de 30 g/L de sel au bain de teinture, ainsi que l'effet combiné des micro-ondes et de la chaleur de contact (100°C) permet d'obtenir d'excellentes teintures. De plus, les coupes nous montrent que les fibres sont teintes à cœur.

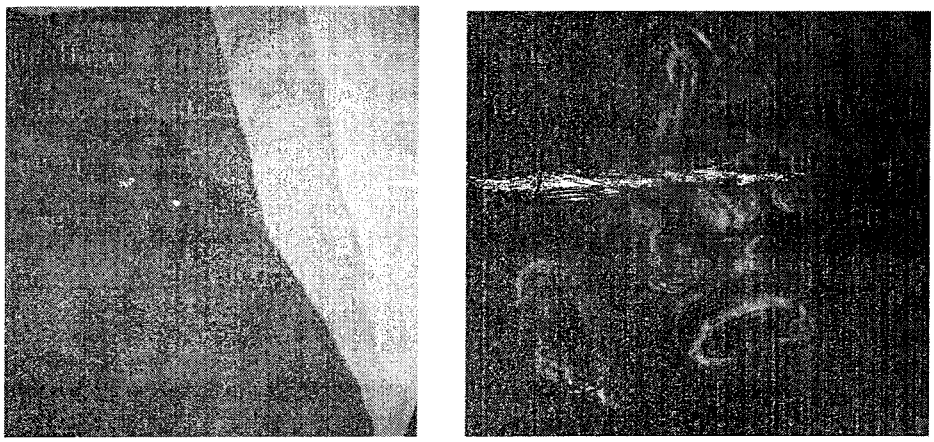


Figure 76 : Coton teint avec le rouge cibacrone CR à différentes concentration et coupe transversale des fibre de coton

IV. PREPARATION DE LA LAINE

1. Le dégraissage de la laine

a. Essais réalisés sur four ménager

Pour dégraisser la laine, on la savonne en milieu légèrement alcalin. Cette fois, plutôt que d'étudier le rôle des réactifs, nous avons voulu observer l'action des différents modes de chauffage. Nous avons donc foulardé avec un taux d'emport de 90% avec le bain de dégraissage contenant 3 g/L d'ammoniaque et de 50 g/L de Sandozine NIT (Sandoz) qui joue le rôle de mouillant. Puis, les échantillons ont été traités soit à l'air libre, soit sur la grille, soit sur le plateau de verre fourni avec le four ménager, soit sur le plateau crisp préchauffé à 100°C.

Les échantillons ainsi dégraissés sont ensuite teints avec le colorant rouge ceres 7B en milieu légèrement acide. Ce colorant a la particularité de se fixer sur les matières grasses. Plus la laine présente de zones teintes, moins le dégraissage est efficace. Les échantillons sont notés de 1 à 5.

1 : échantillon non dégraissé

5 : échantillon dégraissé

x : dégradation de la laine

Temps de traitement (min)	*1'*	*3'*	*5'*	*10'*
Air	2-3	4-5	4	4
Grille	3	5	4	4
Verre	4	4-5	4	4
Plat crisp préchauffé à 100°C	3	4-5	x	x

Figure 77 : Qualité du dégraissage en fonction du mode de traitement

Un traitement de 3 minutes sur grille permet d'obtenir un bon dégraissage de la laine. En effet, la laine étant sensible aux pH alcalins à chaud, un traitement à température élevée la dégrade.

b. Adaptation des résultats obtenus sur la ligne pilote

Pour ces essais, nous avons utilisé un tissu de laine écru de 310 g/m^2 contenant 2 % en masse d'élasthanne en mélange intime.

La transposition des essais réalisés sur four ménager se fait facilement, il n'est pas nécessaire de chauffer les cylindres. Nous avons même pu réduire de moitié la quantité de détergent ainsi que le temps de fixation.

2. Le blanchiment de la laine

a. Blanchiment oxydant

i. Essais réalisés sur four ménager

Comme pour le coton, le blanchiment oxydant de la laine se fait à l'eau oxygénée en milieu légèrement alcalin. Comme pour le dégraissage, nous étudions le mode de fixation pour une formulation donnée.

Les échantillons ont été foulardés avec un taux d'emport de 90% puis ils ont été soumis au champ micro-onde (900W) soit sur grille, soit sur plateau en verre, soit sur plateau crisp préalablement préchauffé à 100°C,

Formulation :
0,5 g/l EDTA
1 g/l phosphate trisodique (=0,9 g/kg)
1 g/l pyrophosphate de sodium (=0,9 g/kg)
250 ml/l eau oxygénée à 130V (=225 g/kg)

Neutralisation :
1 ml/l acide formique

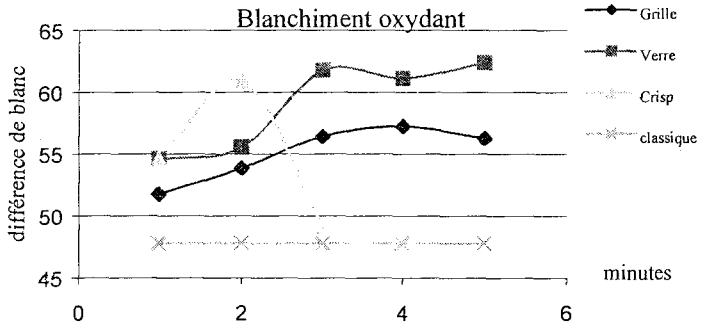


Figure 78 : Variation du degré de blanc en fonction du mode de traitement et de la durée d'exposition

L'EDTA est un complexant de métaux. Elle évite que l'eau oxygénée ne réagisse avec les métaux présents dans le bain ce qui pourrait dégrader la laine. Pour ralentir la décomposition de l'eau oxygénée, on ajoute un stabilisant qui est ici le pyrophosphate de sodium. Le phosphate de sodium permet de travailler en milieu suffisamment basique.

Le graphe ci-dessus représente la variation du degré de blanc de l'échantillon blanchi par rapport à un témoin non blanchi en fonction du mode de traitement et de la durée. L'échantillon non blanchi correspondrait sur ce graphe à une différence de blanc de 0 (différence de blanc = degré de blanc de l'échantillon blanchi – degré de blanc de l'échantillon écru).
Ici, quelque soit le mode de fixation choisi, les résultats sont supérieurs à ceux obtenus classiquement. Mais la laine étant assez sensible aux réactifs contenus dans le bain de blanchiment, il est préférable de travailler à température ambiante. En effet, sur le plateau crisp, celle-ci se dégrade rapidement.

ii. Adaptation sur le pilote de laboratoire

Comme pour le dégraissage, le passage à la continue sur le pilote de laboratoire se fait facilement. La quantité d'eau oxygénée peut être réduite pratiquement de moitié et la vitesse de défilement doublée. Ceci permet d'avoir un bon compromis entre le degré de blanc obtenu et le maintient des propriétés mécaniques de la laine.

Bien que le degré de blanc obtenu soit plus que satisfaisant, il ne correspond pas à un

« grand blanc ». Nous avons donc souhaité obtenir un grand blanc à l'aide d'un azurant optique. L'azurant doit être adapté à la matière que l'on veut traiter. Dans notre cas, un azurant donnant à la matière une coloration bleue-violette était plus adapté. L'ajout de 4 g/L d'uvitex NFW au bain de blanchiment suffit à obtenir un degré de blanc de 54,22, satisfaisant pour obtenir des articles de grand blanc.

b. Blanchiment réducteur

Le mode opératoire est identique à celui utilisé pour le blanchiment oxydant.

Formulation :
170 g/l dithionite de sodium (= 153 g/kg)

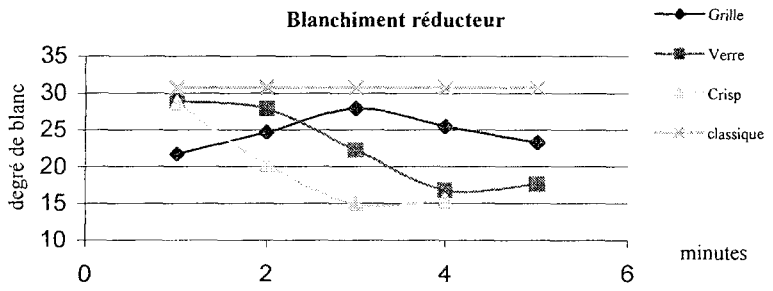


Figure 79 : Variation du degré de blanc en fonction du mode de traitement et de la durée d'exposition

Les résultats exprimés dans le graphe ci-dessus présentent l'augmentation du degré de blanc du tissu blanchi par rapport au non blanchi.

Quelque soit la méthode utilisée, les résultats restent médiocres même si pour des temps courts (1 minute), les traitements sur verre et sur crisp nous donnent des résultats équivalents au blanchiment réducteur classique.

Comme en traitement classique, le blanchiment oxydant donne de biens meilleurs résultats que le blanchiment réducteur.

Ces tests ont démontré que le traitement micro-onde était adapté au blanchiment de la laine.

Etant donné les faibles résultats obtenus, nous avons décidé de ne pas passer au transfert sur le pilote de laboratoire.

V. TEINTURE DE LA LAINE

Nous avons sélectionné les colorants acides car ce sont les plus utilisés en industrie et les plus faciles à mettre en œuvre. De plus, ils offrent un large panel de couleurs et permettent d'obtenir des couleurs vives.

1. Essais réalisés sur four ménager

Afin de connaître les colorants s'adaptant le mieux à notre procédé, nous avons décidé de tester trois colorants appartenant à trois familles distinctes :
-un colorant S : Erio Floxine Solide KL, qui se fixe en milieu fortement acide,
-un colorant N : Bleu sandolane Foulon NFBL, qui se teint en milieu neutre,
-un colorant A : Jaune Supramine GW, qui se teint en milieu faiblement acide.

Formulation S :	*Formulation A :*	*Formulation N :*
10 g/l colorant (1%)	10 g/l colorant (1%)	10 g/l colorant (1%)
4 g/l acide sulfurique (3,6 g/kg)	2 g/l acide acétique (1,8 g/kg)	

Les échantillons sont foulardés avec un taux d'emport d'environ 90% puis ils sont exposés aux micro-ondes pendant une durée variable, soit posés sur la grille, soit sur le plateau de verre ou sur le plateau crisp préalablement chauffé à 100°C.

Quelque soit la nature du colorant, il a réussi à se fixer sur la fibre. Les résultats en terme de rendement sont équivalents quelque soit le support utilisé (grille, verre, crisp) bien que l'on remarque une dégradation de la laine dès 3 minutes de traitement sur crisp.

Etant donné ces résultats, il est préférable de travailler avec les colorants N car ce sont les moins polluants. De plus, un traitement de 1 minute sur grille semble suffisant.

2. Adaptation sur la ligne pilote

L'adaptation sur la ligne pilote s'est faite facilement pour les teintures en ton clair avec les colorants de classe N. Par contre, quelques soient les conditions opératoires (vitesse de défilement, température de préchauffage du cylindre) et la composition du bain (concentration en produits auxiliaires de teinture et en colorant) le rendement obtenu est identique et nous ne parvenons pas à obtenir de tons foncés.

Nous avons donc testé les colorants de classe S qui sont de plus petites molécules et pénètrent donc plus facilement à l'intérieur des fibres.

En plein bain, la teinture de la laine avec ce type de colorant se réalise en trois étapes. La laine est d'abord mise en contact avec le bain fortement acide (pH 3,5 – 4,5) à une température de 50°C pendant une dizaine de minutes, puis on ajoute ensuite le colorant et on procède à la montée en température jusqu'à 98°C, finalement, après deux heures de teinture on ajoute à nouveau 2 %

d'acide sulfurique.

Afin d'adapter cette méthode à notre procédé nous avons choisi de tester trois procédés différents.

	1ère étape	*2ème étape*	*3ème étape*
Procédé 1	Immersion en bain acide : 4% H_2SO_4 en RdB 1/30	Foulardage avec eau + x g/l colorant Exposition de 2 min à 1200W	Foulardage avec bain à 2% d'acide Exposition de 2 min à 1200W
Procédé 2	Foulardage avec bain à 4% d'acide	Foulardage avec eau + x g/l colorant Exposition de 2 min à 1200W	Foulardage avec bain à 2% d'acide Exposition de 2 min à 1200W
Procédé 3	Foulardage avec bain contenant x g/l de colorant et 4% d'acide sulfurique Exposition de 2 min à 1200W		

Colorant utilisé : Erio floxine solide KL.

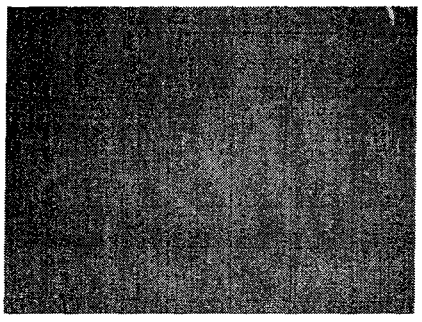
Ces trois procédés permettent la fixation du colorant. Cependant, il est difficile d'obtenir des tons foncés.

Or, le colorant Floxine Erio solide KL est un colorant relativement peu soluble (40 g/l à 90°C). Nous avons donc réalisé des essais complémentaires avec un colorant plus soluble : le Floxine erio 2 GN à 200%, soluble à 100 g/l à 90°C.

Les résultats obtenus avec ce colorant sont meilleurs mais les tons foncés restent difficiles à obtenir. En effet, il semble que le tissu ne parvient pas à emporter suffisamment de colorant.

Nous avons donc essayé d'avoir un temps de contact entre la matière et le bain plus important.

Les résultats se sont avérés bien supérieurs. En effet, la matière s'imprègne mieux du bain. Afin d'améliorer encore les résultats, il faudrait utiliser un désaérant ou une cuve ultrason ou encore ajouter un mouillant au bain de teinture.



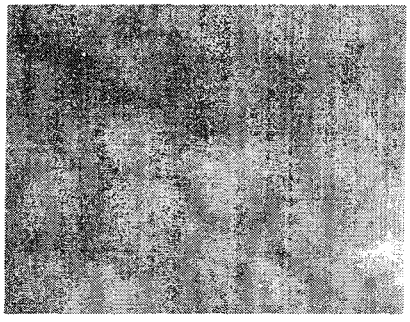


Figure 80 et 81 : Photo du tissu teint et coupe transversale des fibres de laine teints avec le Floxine erio 2 GN à 200% par micro-onde

Comme on peut le voir ci-dessus, la teinture est uniforme sur toute la surface du tissu et les fibres sont teintes à cœur.

VI. TEINTURE DU POLYESTER

Les essais sont réalisés sur un tissu 100% Polyester de 290 g/m².

Cette partie sera développée plus longuement dans le chapitre suivant. Ici, c'est uniquement la démarche qui nous a amené à utiliser l'effet combiné des micro-ondes et de la chaleur de contact qui est décrit.

En effet, lors des premiers essais sur four ménager, les échantillons de PET foulardés avec le bain contenant le colorant dispersé étaient placés sur la grille puis bombardés par les micro-ondes. Quelque soit la durée du traitement et la catégorie de colorant utilisée, la fixation n'a pas lieu. En effet, le polyester ne parvient pas a atteindre sa température de transition vitreuse. Nous avons alors décidé d'utiliser le four « crisp » afin d'apporter de l'énergie thermique supplémentaire.
Nous avons donc choisi d'observer la teinture de différents colorants à différentes températures avec ou sans micro-ondes.
Méthode 1 : mise au contact du plateau préchauffé sans bombardement de micro-ondes
Méthode 2 : mise au contact du plateau préchauffé + bombardement de micro-ondes

Nous avons décidé de tester ces méthodes avec un colorant de chaque catégorie :
-catégorie S : Violet Brillant Foron S-3RL,
-catégorie SE : Rouge Foron SEB,
-catégorie E : Rouge Foron E-2BL,
-catégorie RD : Rouge Foron RD-GL.

Quelque soit la catégorie de colorant, le bombardement de micro-ondes permet d'augmenter le rendement tinctorial.
Pour la plupart des colorants, il est préférable de préchauffer le plateau à 200°C. En effet, les Foron E, SE et RD se fixent dès la première minute de bombardement. Par contre, le colorant S nécessite au minimum trois minutes de traitement.
Les meilleurs résultats sont obtenus avec le colorant RD puisqu'il monte plus rapidement et est donc plus adapté aux procédés à la continue. Ainsi comme on peut le voir ici, tous les colorants dispersés n'ont pas le même comportement tinctorial. De plus, de nombreux colorants du commerce tels que les colorants RD sont en réalité des mélanges de colorant. Dans le chapitre suivant, nous allons étudier plus précisément le comportement tinctorial de trois colorants dispersés de taille différente sous champ micro-onde.

VII. TEINTURE DU MELANGE COTON - POLYESTER

C'est le mélange qui présente le moins de limites. En effet, toutes les combinaisons de colorants sont possibles car :

- Le coton n'est pas sali par les colorants dispersés qui sont les seuls colorants du polyester,
- Les colorants pour coton, très hydrophiles, ne montent pas sur le polyester, très hydrophobe,
- Le coton supporte bien le traitement à haute température nécessaire pour la teinture du polyester mais il est nécessaire de choisir des colorants pour coton qui supportent cette température.

Cependant, la plupart des traitements pour coton se font en milieu alcalin. Or le polyester est sensible à ce milieu à 90°C (saponification des ponts esters du polyester).

De plus, il faut effectuer une sélection des colorants. Il faut en effet éviter que le colorant dispersé comporte des sites $-NH_2$ ou -OH susceptibles de réagir avec les colorants réactifs provoquant ainsi une diminution du rendement tinctorial.

Les essais ci-dessous sont réalisés à l'aide du four ménager de 900W sur un tricot présentant alternativement deux rangées de mailles tricotées avec un fil de coton et deux rangées de polyester de 290 g/m².

La teinture du polyester à la continue nécessitant des températures élevées, l'ensemble des essais a été réalisé à l'aide du plateau crisp.

Les colorants sélectionnés pour teindre le coton sont les colorants réactifs conseillés pour la teinture à la continue. De même pour le polyester, les colorants dispersés choisis sont ceux adaptés à la teinture à la continue. Nous nous sommes de plus inspirés des teintures préalablement réalisées sur coton et sur polyester.

Nous utilisons donc le bleu cibacrone CR pour teindre le coton et la Rouge foron RD pour teindre le polyester. Nous avons, dans un premier temps, teint séparément le coton et le polyester afin de nous assurer qu'il n'y ait pas de tâchage. Comme le montre la photo ci-dessous, les colorants sont de bonne réserve.

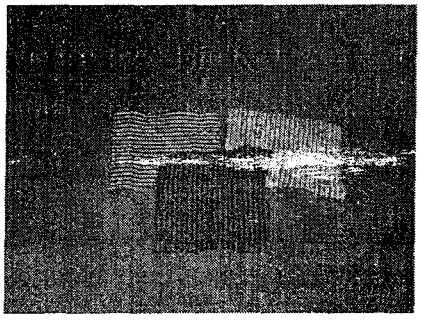


Figure 82 : Coton teint avec le bleu cibacrone CR, polyester teint avec le rouge foron RD et les

deux types de fibres teintes

Il existe trois méthodes différentes pour teindre le mélange coton polyester. La méthode deux bains – deux phases consiste à teindre d'abord le polyester en milieu acide puis à le dépouiller puis à teindre ensuite le coton en milieu alcalin et à le savonner. La deuxième méthode dite un bain – deux phases, qui consiste à foularder le textile avec un bain acide contenant les deux types de colorants réactifs et dispersés les fixer puis de foularder à nouveau le tissu avec un bain alcalin et de le fixer à nouveau, ce procédé est également suivi de plusieurs rinçages et d'un savonnage. Il existe finalement la méthode 1 bain – 1 phase qui est la méthode la plus courte. Cette méthode implique un choix judicieux des colorants. Le tissu est foulardé avec un bain alcalin contenant les deux types de colorant puis fixé et est finalement rincé.
Sur le four ménager, les essais se sont avérés concluant pour les trois méthodes. Sur le pilote de laboratoire la méthode un bain – une phase ne permet pas d'obtenir des résultats satisfaisants.

VIII. CONCLUSION

Le dégraissage de la laine s'est avéré très rapide. Ceci peut s'expliquer par le fait que les graisses provenant de l'ensimage se trouvent en surface et ne sont pas liées chimiquement avec la laine.

Le blanchiment de la laine s'est révélé satisfaisant contrairement à celui du coton. Nous pensons que le tissu en coton que nous avons utilisé pour ces essais et qui est d'un grammage assez faible n'emmène pas assez de bain et sèche trop vite pour permettre à la réaction de s'effectuer. Il faudrait par la suite reprendre ces essais avec une puissance micro-onde plus faible. La laine emporte plus de bain et sèche moins rapidement ce qui permet à la réaction de se faire.

Nous avons réussi à teindre, grâce aux micro-ondes, une gamme assez variée de matières en utilisant différents types de colorants du marché. Même si dans certains cas un apport extérieur de chaleur est nécessaire, l'effet des micro-ondes a été prouvé. En effet, l'apport d'énergie micro-ondes a, dans tous les cas, amélioré les résultats, soit en terme de rendement, soit d'unisson.

Pour la teinture du polyester, par exemple, dont la température de transition vitreuse se situe vers 80 °C dans l'eau, un apport de chaleur supplémentaire est nécessaire. En effet, l'utilisation du rouleau chauffant permet de mettre le polyester sous sa forme caoutchoutique et permet ainsi aux colorants de diffuser au sein de la fibre.

Pour la teinture du coton avec les colorants réactifs, l'apport de chaleur en complément des micro-ondes agit cette fois comme un agent de rendement. C'est à dire, que le chauffage permet de

faciliter les réactions chimiques. En effet, sans apport de micro-ondes, on observe un rendement inférieur et des effets de bords très marqués. Les micro-ondes suppriment ces problèmes d'unisson.

D'un point de vue environnemental, les essais réalisés en laboratoire ont montré que la plupart des produits auxiliaires de teinture utilisés dans les traitements classiques en plein bain, pouvaient être diminués lors des traitements par micro-ondes Ceci représente un gain important en terme de pollution, car ces produits, très polluants, ne sont pas consommés lors des traitements.

De plus, nous utilisons un procédé par foulardage, les quantités d'eau utilisées lors de nos essais sont donc réduites. En effet, ce type de procédé utilisant des rapports de bain courts (1:1), il est possible de prévoir le volume de bain nécessaire et éviter ainsi de vidanger les bains de teinture. Un avantage par rapport aux autres procédés par foulardage est que les bains de rinçage sont moins chargés en produits auxiliaires que ceux obtenus classiquement.

L'utilisation des micro-ondes pour l'ennoblissement textile semble donc présenter de nombreux avantages aussi bien en termes de qualité et de rapidité des traitements, qu'en terme de réduction de la pollution à la source. Nous sommes conscients bien sur que la possibilité d'éliminer les PAT en laboratoire ne sera peut être pas totalement transférable sur le plan industriel, mais souhaitons continuer à travailler dans ce sens.

Après cette étude de faisabilité au cours de laquelle nous avons passé en revue un grand nombre de traitements différents sur un grand nombre de fibres, nous allons maintenant nous intéresser plus précisément à la teinture du polyester avec les colorants dispersés.

CHAPITRE III

ETUDE DE LA TEINTURE DU PET AVEC LES COLORANTS DISPERSES SOUS CHAMP MICRO-ONDES

A. MATERIEL ET METHODE DE CARACTERISATION

I. OBJET DE L'ETUDE

Le but de cette partie est de comprendre l'effet des micro-ondes sur la teinture du polyester avec les colorants dispersés.

Nous avons pour cela réalisé des teintures par chauffage micro-onde et par chauffage à air pulsé à différentes températures et avons comparé les résultats par la mesure du K/S qui une donnée colorimétrique qui sera décrite dans ce chapitre.

Nous discuterons ensuite des effets des micro-ondes sur la teinture. S'agit-il d'effets purement thermiques ou d'effets non thermiques spécifiques à l'utilisation des micro-ondes ?

II. COLORIMETRIE

La colorimétrie concerne la mesure de la couleur, il peut s'agir de la couleur de bain et de celle des tissus.

1. Colorimétrie des tissus

a. Principe

Le principe de cette méthode consiste à mesurer la réflectance d'un tissu pour plusieurs longueurs d'ondes, la quantité de lumière réfléchie dépendant de la concentration de colorant dans le tissu.

L'une des meilleures méthodes de corrélation entre la réflectance R de l'échantillon teint et la concentration du colorant présent sur la fibre a été énoncée par Kubelka et Munk. Le facteur K/S est exprimé en fonction de la réflectance par la relation [109] :

$$\frac{K(\lambda)}{S(\lambda)} = \frac{[1-R(\lambda)]^2}{2R(\lambda)}$$

Avec :

R : réflectance correspondant à une longueur d'onde donnée, c'est la quantité de lumière réfléchie en %.

K : coefficient d'absoption de la lumière par le colorant à une longueur d'onde donnée.

S : coefficient de diffusion lumineuse du matériau qui dépend du colorant (pas de sa concentration), du diamètre de la fibre et sa matité.

Kubelka et Munk introduisent également la notion de force coloristique F :

$$F = (K/S) / C_f$$

Avec C_f concentration en colorant dans la fibre et F constante caractéristique du colorant à la longueur d'onde étudiée. Ce coefficient joue, dans la loi de Kubelka-Munk, le même rôle que le coefficient d'absorption molaire dans la loi de Beer-Lambert.

La mesure du K/S à la longueur d'onde pour laquelle celui-ci est maximum permet donc de suivre l'évolution de la quantité de colorant dans la fibre.

A partir du rapport $\frac{K(\lambda)}{S(\lambda)}$, il est possible de déterminer la « force colorante » en pourcentage de colorant. Cette « force colorante » permet la détermination du rendement coloristique d'un colorant à la surface d'un matériau. Pour cela le matériau de référence *(T)* est considéré comme ayant une concentration en colorant de 100 %.

$$Force\ colorante\ (\%) = \frac{\left(\frac{K(\lambda)}{S(\lambda)}\right)_E}{\left(\frac{K(\lambda)}{S(\lambda)}\right)_T} \times 100$$

b. Mode opératoire

Les mesures de K/Smax des échantillons teints sont réalisées à l'aide du spectrophotomètre « Spectraflash® SF 600 plus » de Datacolor.

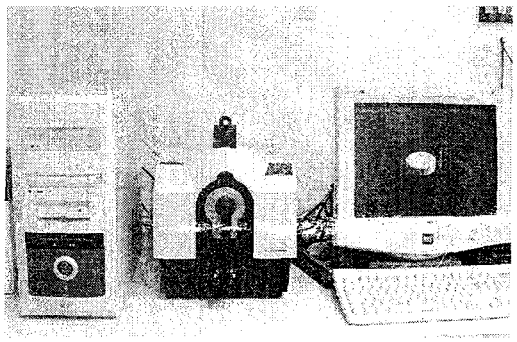


Figure 83 : Colrimétre Spectraflash ® SF 600 plus

L'illuminant choisi est le D65, la composante UV a été amenée à 0% afin de s'affranchir de l'azurage déjà présent sur le tissu non teint. La lumière spéculaire a été exclue afin d'éviter que des variations de brillance des échantillons teints (liées à la fibre et non au colorant) ne viennent perturber les résultats.

Nous avons utilisé la grande ouverture pour un balayage maximum de la surface des échantillons. Nous avons répété les mesures au moins trois fois en déplaçant l'échantillon à chaque fois avec un écart CMC inférieur à 0,25.

2. Colorimétrie des liquides

a. Principe

On s'appuie cette fois sur la loi de Beer-Lambert.

Si la solution obéit à la loi de Beer-Lambert, elle suit l'équation suivante :

$$Abs = \log (I_0 / I) = \varepsilon . l . C$$

Avec:

Abs: absorbance de la solution

I_0 : intensité du faisceau lumineux à l'entrée

I : intensité du faisceau lumineux à la sortie

ε : coefficient d'extinction

l : longueur du chemin optique

C : concentration du colorant

ε étant dépendant de la température et de la longueur d'onde, nous réalisons toutes les mesures à température ambiante et à la longueur d'onde d'absorption maximale.

De plus, nous utilisons des cuves de caractéristique identiques, c'est-à-dire des cuves en verre de dimensions identiques. La longueur du chemin optique, qui correspond à l'épaisseur de la cuve est constante.

Nous aboutissons donc à la relation suivante :

$$Abs = k . C$$

avec k = constante

b. Mode opératoire

Pour ces essais, nous utilisons un spectrophotomètre Jasco V-530. Il mesure l'absorbance des solutions et calcule directement, à partir d'une courbe d'étalonnage, la concentration en colorant.

La première étape consiste à faire l'étalonnage. Pour cela, nous préparons des solutions de concentrations connues.

Dans une première phase de l'étalonnage, on réalise la courbe d'absorbance en fonction de la longueur d'onde d'une des solutions entre 400 et 700 nm. Sur cette courbe, on repère la longueur d'onde à laquelle l'absorbance est maximale (λmax).

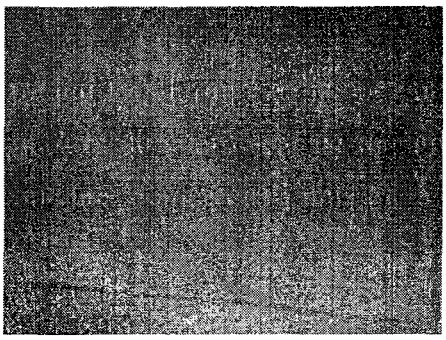
Puis on mesure l'absorbance des solutions de concentration connue à cette longueur d'onde.
Et finalement, on calcule l'équation de la droite d'étalonnage qui est le tracé de l'absorbance à λmax en fonction de la concentration en colorant dans la solution.

La seconde étape consiste à mesurer l'absorbance des bains à λmax et à en déduire, grâce à la droite d'étalonnage, la concentration en colorant des bains.

III. AUTRES PARAMETRES IMPORTANT POUR L'EVALUATION DE LA QUALITE D'UNE TEINTURE

1. Unisson

Il traduit l'uniformité de la couleur sur la matière. Il peut s'agir d'une appréciation visuelle ou de la mesure du coefficient de déviation par spectrophotométrie. Pour ces essais, nous nous sommes contentés d'apprécier l'unisson de façon visuelle.



Tissu présentant un bon unisson

Tissu mal-uni

Figure 84 : Illustration de la notion d'unisson

2. Solidités à l'usage

Pour vérifier la qualité des teintures, nous avons évalué la dégradation des coloris des matières teintes après un ou plusieurs lavages dans des conditions déterminées (cf annexe 7) et son dégorgement sur des témoins blancs dont la composition dépend de la matière à tester.
D'autres types de solidités peuvent être testées telles que les solidités aux frottement, à la lumière...
Nous nous sommes contentés de tester les solidités aux lavages ISO I et / ou ISO II durant l'étude.

IV. LE TISSU ET LES COLORANTS

1. Le tissu

a. Présentation

Le tissu que nous allons utiliser pour l'ensemble des essais est un tissu 100 % polyester d'armure toile et d'un grammage de 120 g/m².

Il est fluorescent sous les lampes UV, il contient donc des azurants optiques.

b. Analyse thermique du tissu

Le graphe ci-dessous montre l'analyse par DSC du tissu que nous allons utilisé.

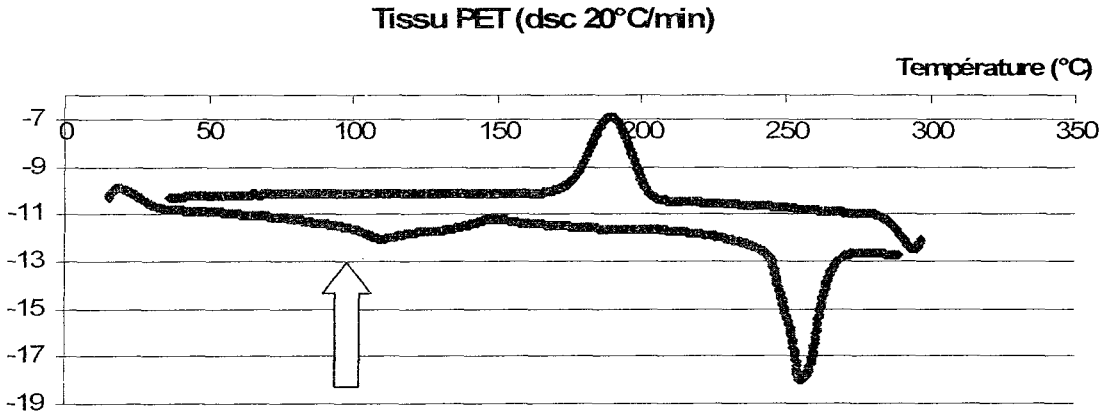


Figure 85 : Analyse DCS du tissu en PET

Comme on peut le constater, il est difficile d'observer la transition vitreuse pour notre tissu. Elle semble se situer au environ de 100°C. La courbe DSC suivante a été réalisée avec une vitesse de chauffage de 20°C par minutes.

De plus, les résultats de l'analyse ATG n'ont pas permis de détecter d'eau liée, ce qui n'est pas surprenant étant donné le caractère hydrophobe du polyester.

2. Les colorants choisis

Nous avons choisi trois colorants dispersés d'énergies de fixation différentes.

a. Le CI disperse blue 56

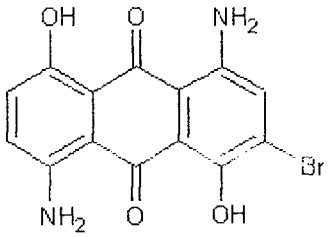


Figure 86 : formule du CI disperse blue 56

Il s'agit d'un colorant anthraquinonique de faible énergie de fixation. Il est généralement utilisé pour la teinture en discontinue c'est-à-dire à 100°C ou 130°C. Il a une masse molaire de 349,14 g/mol et son indice de polarisabilité est de 31,15 +/- 5.10^{-24} cm^3 d'après le logiciel Chemsketch. Le colorant que nous allons utiliser est le bleu dianx ER de force colorante de 150% produit par Dystar.

b. Le CI disperse red 82

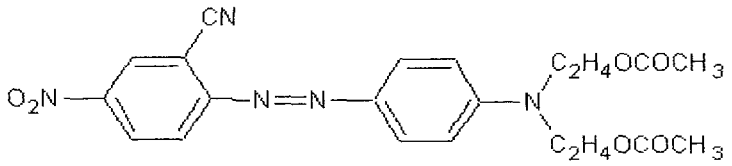


Figure 87 : formule du CI disperse red82

Il s'agit d'un colorant monoazoïque de moyenne énergie de fixation. Il peut être utilisé pour la teinture en discontinue à 130°C mais aussi pour la teinture à la continue. Il a une masse molaire de 439,42 g/mol et son indice de polarisabilité est de 45,97 +/- 5.10^{-24} cm^3 d'après le logiciel Chemsketch. Le colorant que nous avons utilisé est le rubine dianix SEB produit par Dystar.

c. Le CI disperse blue 79

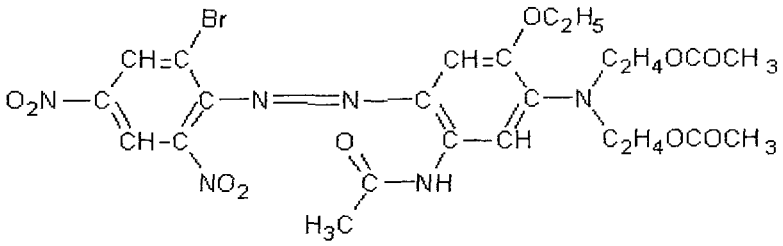


Figure 88 : formule du CI disperse blue 79

Il s'agit également d'un colorant monoazoïque de haute énergie de fixation. Il s'utilise pour

la teinture à la continue. Il a une masse molaire de 639,41 g/mol et son indice de polarisabilité est de 57,89 +/- 5.10^{-24} cm^3 d'après le logiciel Chemsketch. Le colorant utilisé est le Marine dianix S2G de force colorante de 200% produit par Dystar.

d. Détermination de la température de sublimation des colorants

i. Par migration thermique sur Fixotest

La méthode classiquement utilisée par les fabricants de colorants textiles pour déterminer la température de sublimation des colorants est une méthode de migration thermique. On place un tissu de polyester teint avec le colorant à tester entre deux tissus blanc et on place l'ensemble entre deux plaques chauffantes pendant trente seconde. On augmente progressivement la température jusqu'à ce qu'il y ait migration du colorant du tissu teint vers les tissus blancs et donc tâchage de celui-ci comme le montre les deux photos ci-dessous. Les essais ont été réalisés grâce à un Fixotest.

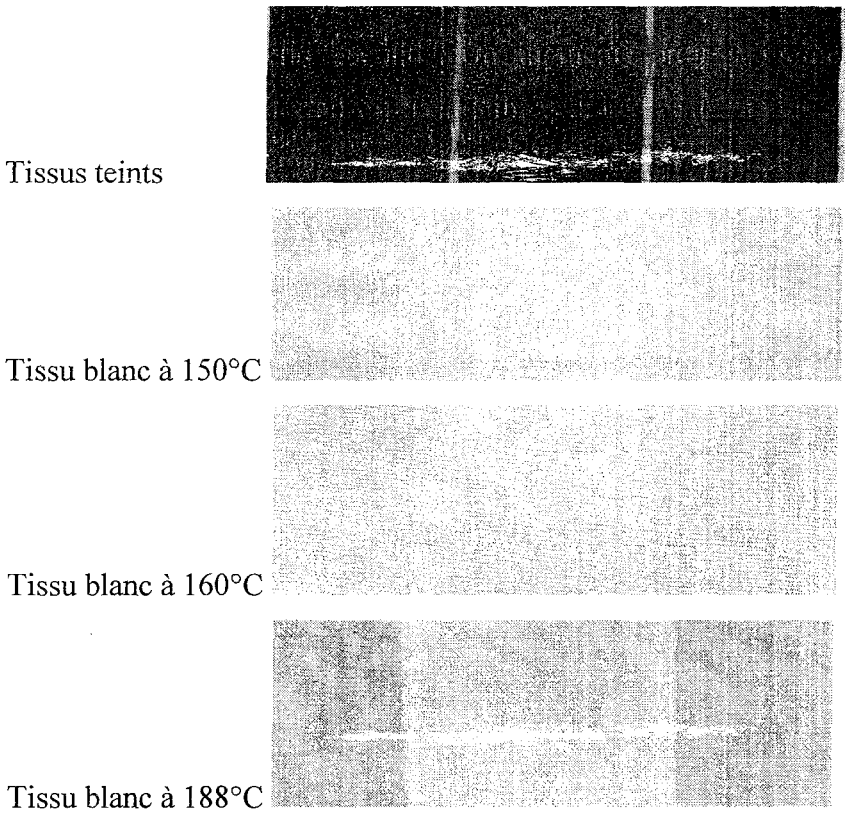


Figure 89 : Migration des colorants en fonction de la température

Le K/Smax des tissus blancs sur lesquels les colorants ont migrés a été mesuré. On obtient alors les courbes suivantes :

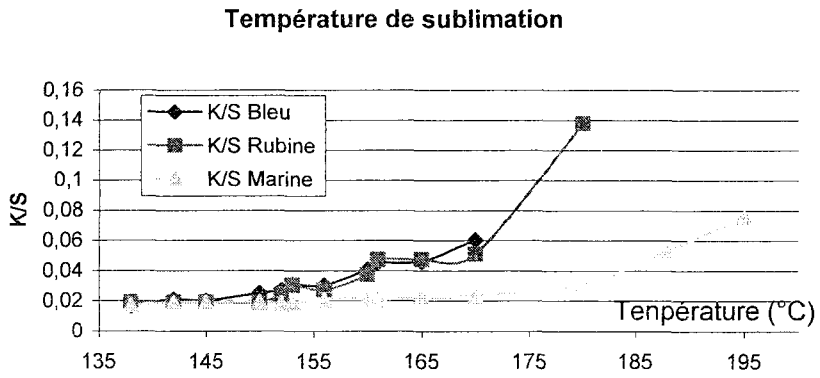


Figure 90 : K/Smax en fonction de la température de migration (essai réalisés sur Fixotest) pour es trois colorants dispersés

Comme on le voit sur ce graphe, la température de sublimation du colorant bleu est de 147°C, celle du rouge est de 150°C et celle du marine est de 170°C.

ii. Par analyse DSC

La tendance de ces résultats est confirmée par les analyses DSC effectuées sur les poudres colorantes préalablement séchées pendant 12 h à 80°C. La vitesse de chauffage est de 10°C par minutes. Comme on peut le voir sur les graphes ci-dessous, l'analyse DSC donne une température de sublimation de 142°C pour le colorant bleu, 140°C pour le colorant rouge et 183°C pour le marine. Le pic de sublimation pour le colorant marine est moins marqué que pour les autres colorants. Ceci est certainement lié au fait que les poudres commerciales que nous utilisons ne sont pas composées uniquement de colorants mais contiennent également des nombreux adjuvants destinés à faciliter la conservation et l'utilisation de ces poudres. Ces additifs sont probablement à l'origine du pic très large obtenu sur tous les thermogrammes vers 100°C 120°C.

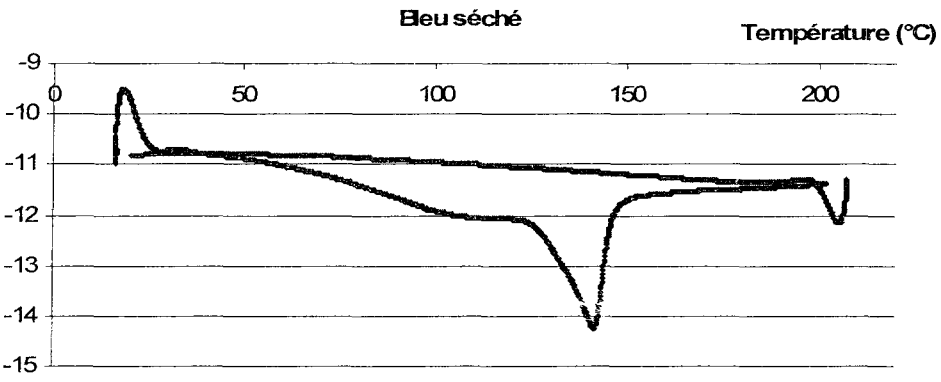


Figure 91 : Courbe DSC du colorant bleu avec une vitesse de chauffe de 10°C par minute

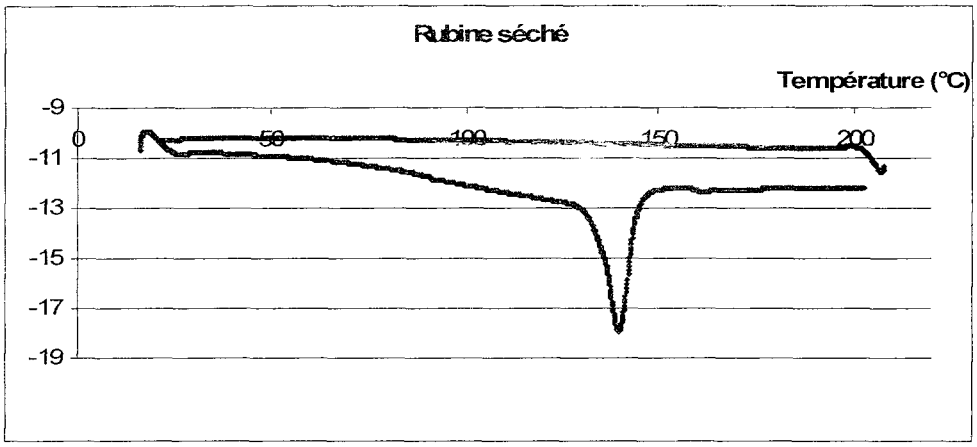


Figure 92 : Courbe DSC du colorant rouge avec une vitesse de chauffe de 10°C par minute

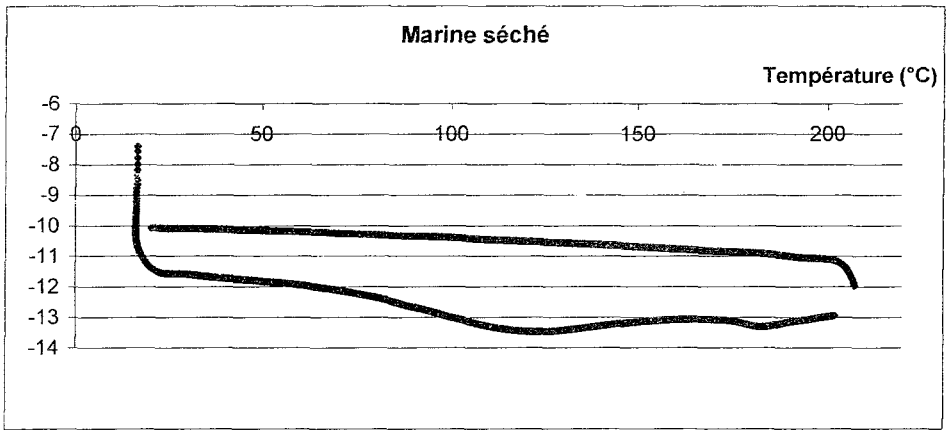
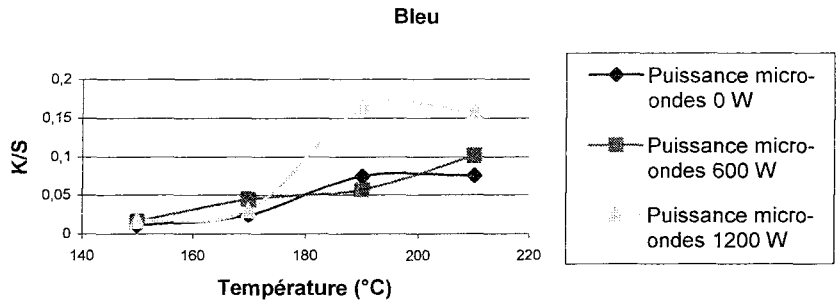


Figure 93 : Courbe DSC du colorant rouge avec une vitesse de chauffe de 10°C par minute

iii. Par migration sur le pilote micro-onde

Les graphiques ci-dessous représentent la migration des colorants dispersés du tissu en PET teint vers un tissu en PET vierge en fonction de la température avec et sans micro-ondes.



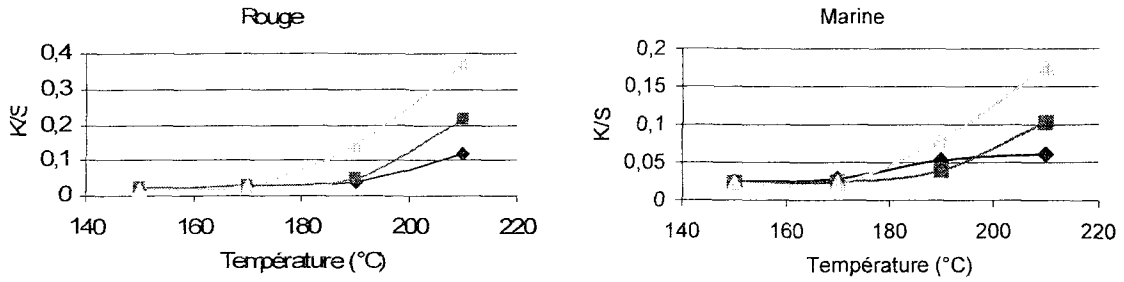


Figure 94 : Effets des micro-ondes sur la température de sublimation des colorants

Pour réaliser ces courbes, nous avons procédé comme pour la mesure de la température de sublimation sur thermotest. Des échantillons de polyester teints avec chacun des trois colorants ont été mis en sandwich entre deux tissus de polyester blanc. Puis nous avons fait défiler l'ensemble dans l'enceinte micro-ondes avec un temps de traitement de trente secondes aux quatre températures habituelles de 150, 170, 190, 210°C avec ou sans micro-ondes. Nous avons évalué la température de sublimation par la détermination grâce à la mesure du K/Smax du tissu vierge en contact avec le tissu teint du moment où le colorant commence à migrer du tissu teint vers les tissus blancs.

Comme on peut le voir sur les graphiques ci-dessus il semble que les micro-ondes aient peu d'influence sur la température de sublimation des colorants. Par contre, pour une température donnée, l'ajout des micro-onde permet d'augmenter la quantité de colorant qui migre vers le tissu en PET vierge.

iv. Conclusion

Les trois modes de mesure de la température de sublimation des colorants nous donnent trois valeurs différentes. Les analyses DSC ne nous donnent pas de pic très précis en particulier pour le colorant marine, à cause de la présence d'additifs dans les poudres commerciales.
Les tests par migrations thermiques ne sont valables que pour un temps de chauffage donné, dans la pratique, il s'agit généralement de trente secondes. Un temps plus long ou plus court nous donnerait des températures de début de migration différentes.

Ces tests nous permettent malgré tout de dégager le comportement des colorants vis-à-vis de la température. Le colorant bleu est celui qui va se sublimer et donc commencer à diffuser à la température la plus basse pour un temps de chauffage donné.

On constate donc par les trois méthodes de mesure que la température de sublimation des colorants bleu et rouge est assez proche et de l'ordre de 140 – 150°C. Alors que celle du colorant marine est plus élevée de l'ordre de 170 – 180°C.

V. LE BAIN DE TEINTURE ET LE POST-TRAITEMENT

1. Le bain de teinture

Pour l'ensemble de l'étude nous allons réaliser des teintures à 2%, pourcentage calculé pour rapport au poids de textile à teindre. Les seuls produits auxiliaires présents dans le bain sont ceux ajoutés aux colorants par le fabricant. Afin d'être dans les conditions optimales de teinture, le pH du bain est ajusté avec de l'acide acétique afin d'être à pH de 5,5.

Pour la teinture par micro-onde le taux d'emport moyen est de 80%. La quantité de colorant introduite dans le bain est donc de 25 g/L pour un colorant de force colorante classique, de 16,67 g/L pour un colorant de force colorante de 150% et de 12,5 g/L pour le colorant de force colorante de 200%.

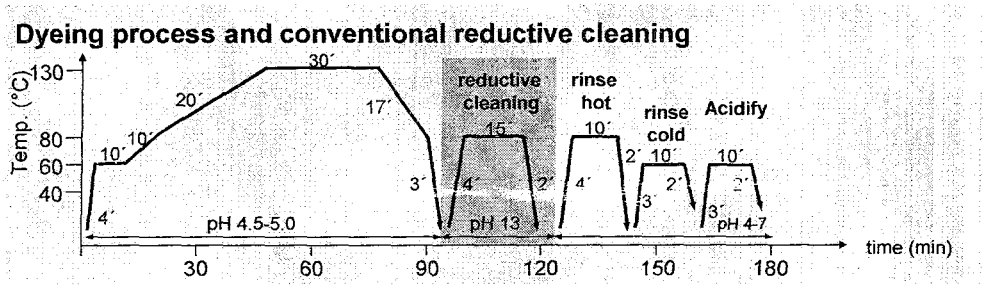
Pour la teinture par air pulsé, le taux d'emport moyen est de 100%. La quantité de colorant introduite dans la fibre est donc de 20g/L de même, 13,33 g/L pour un colorant de force colorante de 150% et 10 g/L pour un colorant de force colorante de 200%.

2. Le post-traitement

Comme nous l'avons dit précédemment, l'élimination des colorants non fixés nécessite la réalisation d'un post-traitement. Le post-traitement classique se réalise en milieu alcalin.

Pour des raisons à la fois de process et écologique, les producteurs de produits auxiliaires ont mis au point un PAT permettant de réaliser ce dépouillement en milieu acide. Ceci permet de réduire le temps de traitement la consommation en eau et en alcali du process de teinture comme le montre la figure ci-dessous. C'est le cas du Cyclanon Eco de BASF. [110]

Le cyclanon Eco est un complexant des colorants. Il forme des complexes avec le colorant pour l'empêcher de se redéposer sur les fibres.



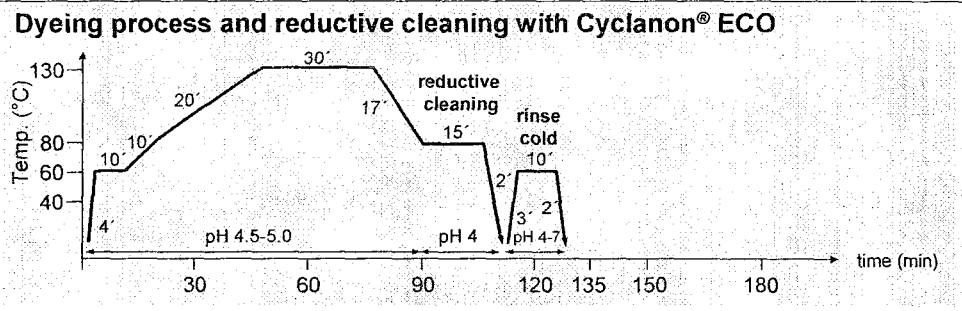


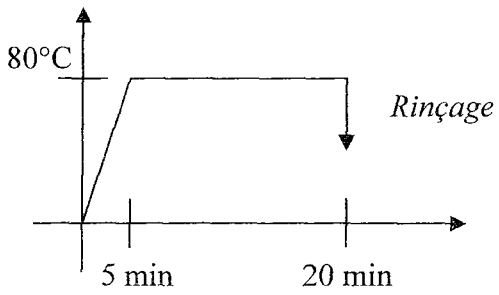
Figure 95 : Conduite de teinture du polyester en utilisant soit un dépouillement alcalin classique, soit le cyclanon éco [111]

Pour l'ensemble des essais de ce chapitre le dépouillement a été réalisé comme indiqué ci-dessous.

Bain : 2 /L de cyclanon éco

acide acétique q. s. pH 5

Conduite :



VI. LE CHAUFFAGE PAR AIR PULSE

Afin de comparer le chauffage des micro-ondes au chauffage classique, nous avons soumis le tissu dans les mêmes conditions à un chauffage par air pulsé.

Le foulardage a été réalisé à l'aide d'un foulard vertical de marque Werner Mathis à air comprimé.

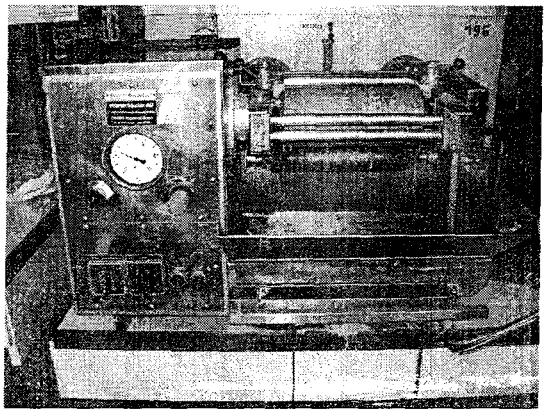


Figure 96 : foulard de laboratoire Mathis

Ils ont ensuite été traités sur une rame Werner Mathis.

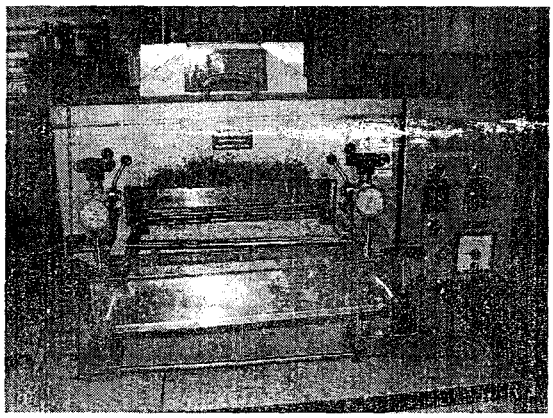


Figure 97 : Rame de laboratoire Mathis

VII. ESSAIS PRELIMINAIRES

1. Exploitation colorimétrique

Notre but est de vérifier la loi de Kubelka-Munk qui dit que le K/S est proportionnel à la concentration du colorant dans la fibre.

$$K/S = F * C_f$$

En effet, cette relation n'est pas toujours vraie. Elle dépend de la concentration en colorant dans la fibre, mais aussi du support textile lui-même. Aujourd'hui, de nombreux logiciels de « color matching » ont été modifiés en ce sens.

a. Détermination de la longueur d'onde de mesure du K/S (λmax)

Afin de déterminer la longueur d'onde pour laquelle le K/S est maximum pour chacun des trois colorants nous avons teint le tissu en polyester pendant 1H30 à 130°C dans un autoclave avec 2% (par rapport au poids de tissu à teindre) de colorant et mesuré son spectre par réflexion avec le colorimètre Datacolor.

Les graphiques ci-dessous nous donnent les valeurs de K/S des tissus teints en fonction de la longueur d'onde pour les trois colorants.

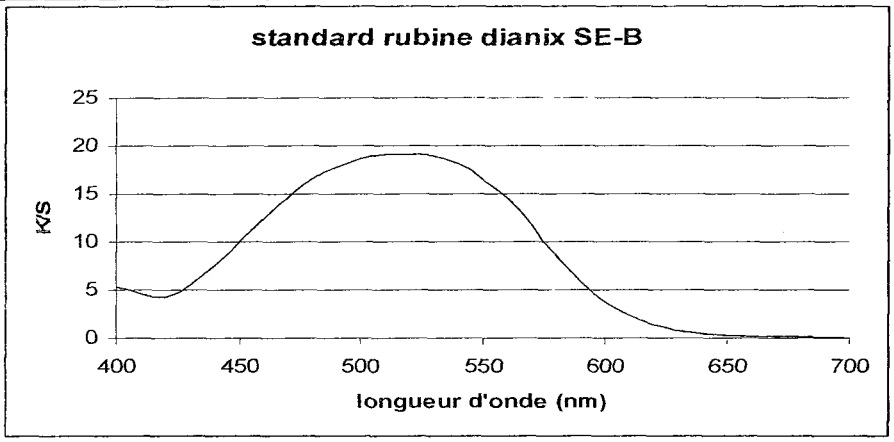


Figure 98 : K/S en fonction de la longueur d'onde pour les standards servant à déterminer λmax pour le colorant rubine dianix SE-B

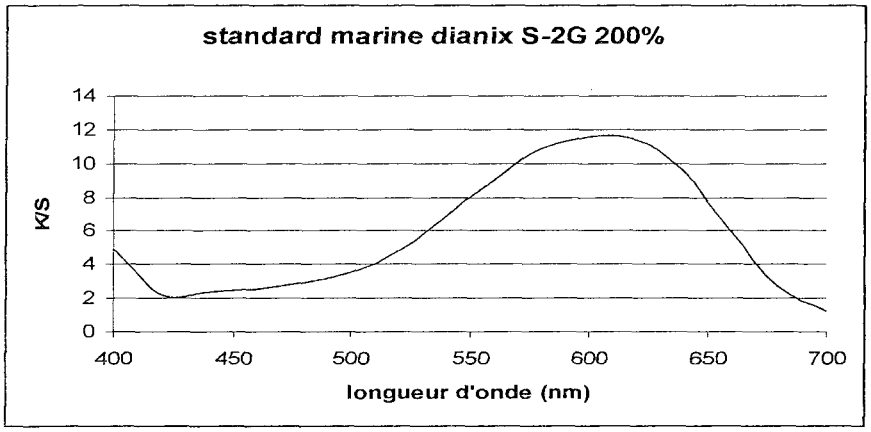


Figure 99 : K/S en fonction de la longueur d'onde pour les standards servant à déterminer λmax pour le colorant Marine dianix S-2G

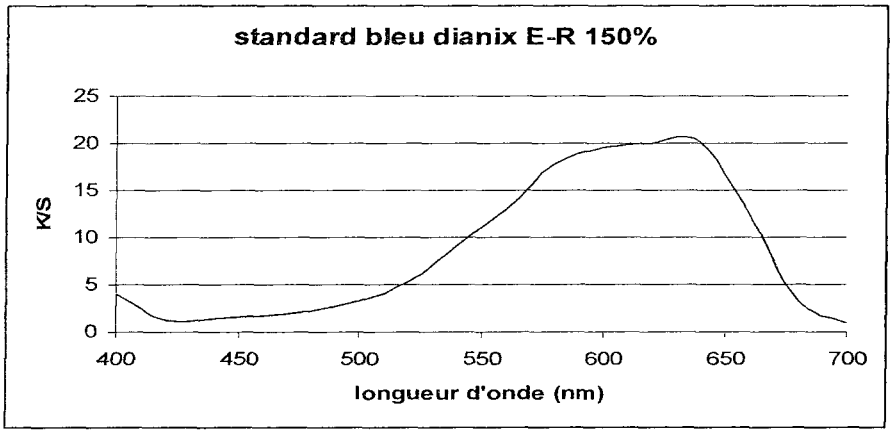


Figure 100 : K/S en fonction de la longueur d'onde pour les standards servant à déterminer λmax pour le colorant Bleu dianix E-R

Pour le rubine dianix SEB, λmax est de 521 nm. Pour le bleu dianix E-R 150% λmax est de 645 nm et pour le marine dianix S-2G 200%, λmax se situe à 605 nm.

b. Vérification de la loi de Kubelka-Munk pour les colorants utilisées

i. Mode opératoire

Teinture du polyester à haute température

Afin de vérifier la loi de Kubelka – Munk, il nous faut connaître la concentration du colorant dans la fibre (C_f). On réalise donc une teinture à haute température, c'est-à-dire à 130°C sous pression. En effet, si C_0 est la concentration initiale de colorant dans le bain, les concentrations dans le bain et dans la fibre sont reliées entre elle par :

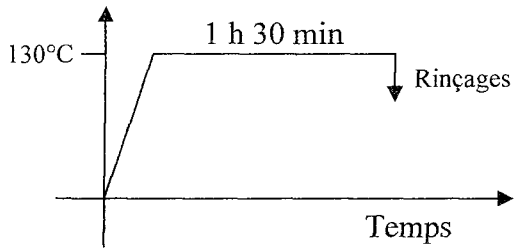
$$C_0 = C_b + C_f * RdB$$

En supposant que la quantité de colorants non fixés et restés à la surface de la fibre est faible. En effet, habituellement, pour éliminer la totalité du colorant non fixé sur le polyester les rinçages seuls ne suffisent pas, il faut les faire suivre d'un dépouillement. Le dépouillement dégradant le colorant, nous n'en avons pas fait cette fois.

Nous avons donc réalisé des teintures à haute température pour les trois colorants. Elles ont été effectuées sur un autoclave de marque Renigal.

Nous avons donc teint des échantillons de 5g, à 1, 2 et 3 % avec un rapport de bain de 1/40. Le pH du bain de teinture a été ajusté à 5.

La conduite de teinture est la suivante :



Les rinçages ont été effectués avec un rapport de bain de 1/20 pendant 5 min à 70°C avec une agitation manuelle. Autant de rinçage que nécessaire ont été effectués, c'est-à-dire jusqu'à ce que l'eau du dernier rinçage soit complètement incolore.

Récupération des bains

Nous avons récupéré le bain en fin de teinture ainsi que les différents bains de rinçage. On rassemble ces bains, de volumes connus, et on effectue une mesure d'absorbance.

La teinture a été réalisé a pH 5 et les rinçages également. Les courbes d'étalonnage du spectrophotomètre ont été réalisées à pH 5 également.

Mesures au spectrophotomètre

De plus, rappelons-le, nous travaillons avec des colorants dispersés. Ces colorants sont très peu solubles dans l'eau et sont en dispersion dans les bains.

Afin de nous assurer de la validité de la loi de Beer-Lambert pour nos mesures, nous réalisons des solutions de colorants dispersés dans un mélange eau / diméthylformamide (DMF) 50/50.

Pour nos mesures, nous prélevons donc 2 mL de l'ensemble des bains (teintures + rinçages) auquel nous ajoutons 2 mL de DMF. Nous passons ces prélèvements au spectrophotomètre préalablement étalonné pour obtenir la concentration de colorant. La concentration mesurée nous permet, en fonction du nombre de rinçages effectués, de calculer la concentration de colorant restant dans le bain.

ii. Résultats

Récupération des bains

Comme mentionné précédemment, nous nous plaçons pour effectuer le dosage des colorants à la longueur d'onde pour laquelle l'absorbance des solutions colorées est maximale. Les courbes d'absorbance en fonction de la longueur d'onde pour chacun des trois colorants sont visibles en annexe 9.

Les figures ci-dessous présentent les équations des courbes d'étalonnage pour le dosage des colorants dans les bains (Abs = A*C + B) (voir annexe 10) ainsi que les valeur de K/S en fonction de la concentration de colorant dans la fibre, nous permettant ainsi de vérifier que cette relation est bien linéaire.

Colorant	*λ max (nm)*	*A*	*B*	*R^2*
Rubine	523	107,66	0,0631	0,9947
Bleu	628	44,988	0,0052	0,9993
Marine	581	34,786	0,029	0,9922

Figure 101 : Equation des courbes d'étalonnage pour le dosage des colorants dans les bains

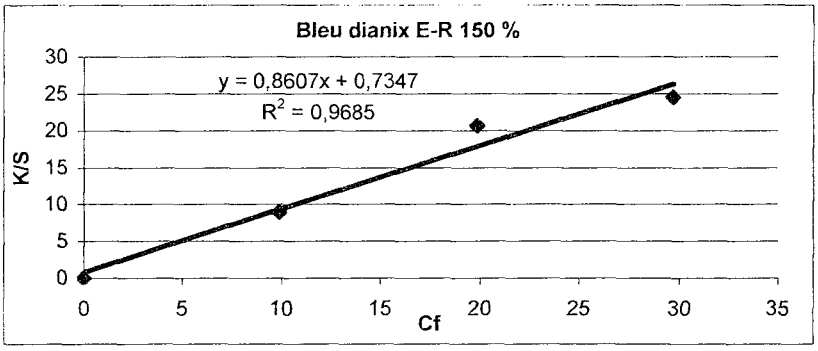


Figure 102 : K/S en fonction de la concentration en colorant dans la fibre

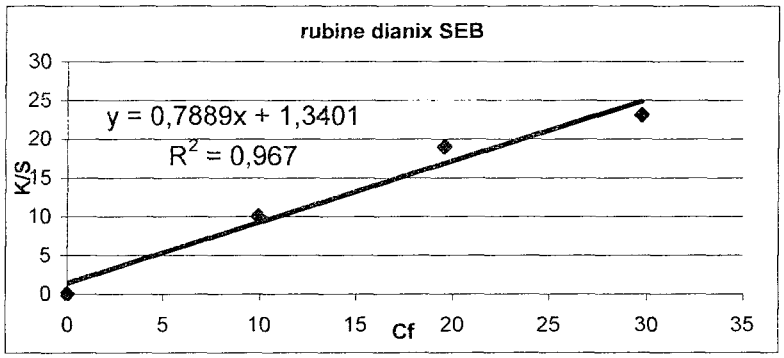


Figure 103 : K/S en fonction de la concentration en colorant dans la fibre

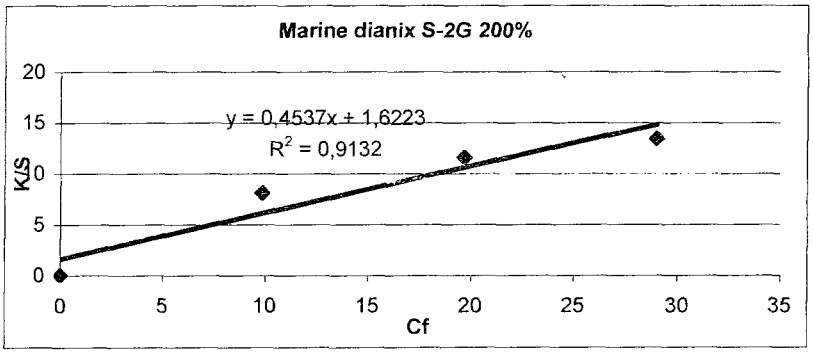


Figure 104 : K/S en fonction de la concentration en colorant dans la fibre

Comme on peut le voir sur les trois graphes ci-dessus, K/S est bien proportionnel à la concentration de colorant dans la fibre.

Pour l'ensemble des essais qui vont suivre, nous allons nous appuyer sur la loi de Kubelka-Munk ($K/S = F * C_f$). En effet, la validité de cette loi pour nos colorants et notre tissu étant vérifiée, nous l'utiliserons pour évaluer la concentration de colorant fixé dans la fibre. Ainsi, nous utiliserons le K/S pour étudier les cinétiques de fixation du colorant dans la fibre.

2. Teinture

a. Reproductibilité des essais

Un autre paramètre important en teinture est la reproductibilité de chaque passe, c'est-à-dire le fait d'obtenir avec le même colorant, dans les mêmes conditions opératoires, la même couleur.

Afin de vérifier la reproductibilité des essais réalisés sur le pilote de laboratoire micro-onde, nous avons effectué six teintures avec le colorant Rubine dianix SEB à plusieurs heures et plusieurs jours d'intervalle en respectant toujours le même mode opératoire.

i. Mode opératoire

Le mode opératoire utilisé est le même que celui décrit précédemment, on foularde le tissu avec un taux d'emport de 80 % puis on le fait défiler dans l'enceinte micro-onde dont les cylindres sont chauffés à 190°C avec une puissance micro-onde émise de 1200W.

En résumé :

Formulation du bain :	25 g/L de rubine dianix SE-B Acide acétique q. s. pour avoir un pH de 5
Taux d'emport :	80%
Température des cylindres :	190°C
Temps de traitement :	2 min

ii. Résultats et conclusion

Les graphiques ci-dessous nous donnent les valeurs de K/S en fonction de la longueur d'onde et de K/S à λmax.

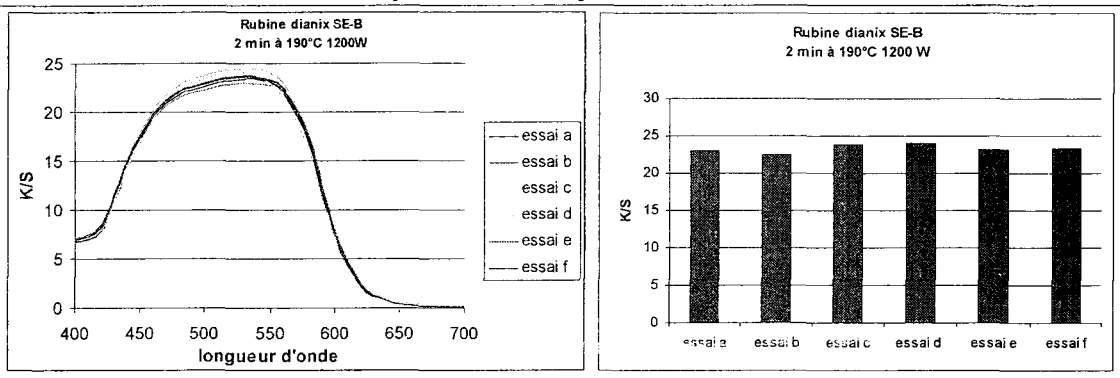


Figure 105 : K/S en fonction de la longueur d'onde et K/S à λmax pour six teintures identique avec le rubine dianix SEB

Comme on peut le vois ci-dessus, les valeur de K/S à λmax s'étalent entre 22,484 et 24,023. Les courbes de K/S en fonction de la longueur d'onde ont toutes la même allure. De plus, s'agissant de tons foncés, la différence entre les six échantillons à l'œil nu est peu perceptible.

b. Unisson

L'unisson est un paramètre important en teinture. En effet, un tissu mal-uni ne sera pas commercialisable.

Pour l'ensemble des essais de teinture du polyester décrit dans ce rapport l'unisson obtenu est plutôt bon, comme l'illustre l'exemple ci-dessous d'une teinture par le procédé micro-onde avec le marine dianix S-2G.

Remarque : le format réel du tissu ci-dessous est le format A4.

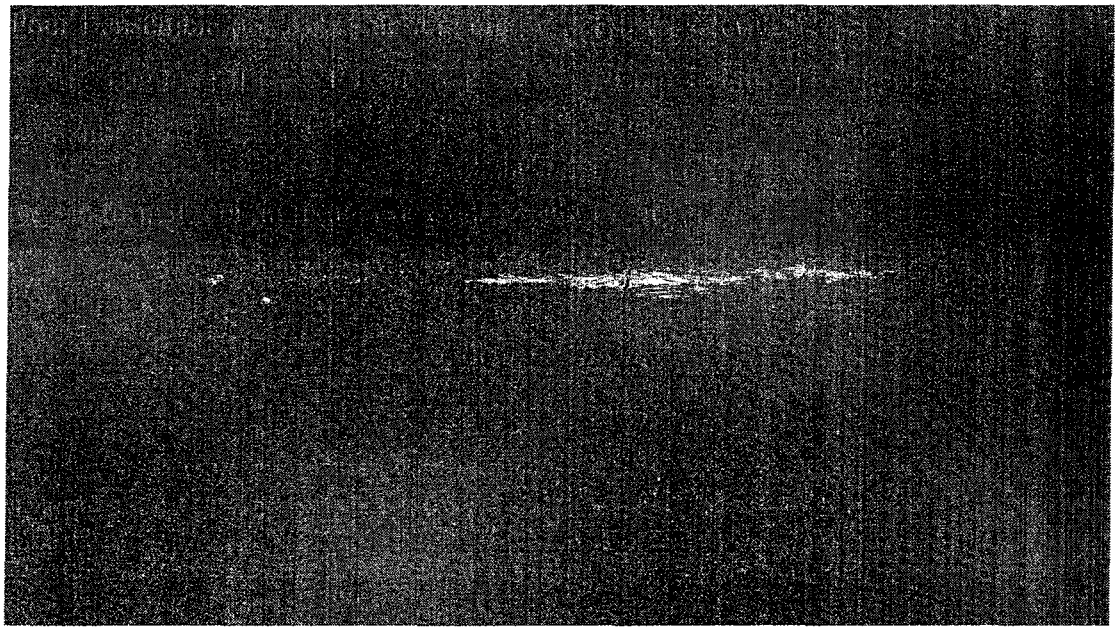


Figure 106 : Tissu de PET teint avec le marine dianix S-2G par le procédé micro-onde

Remarque : L'aspect « rayé » sur l'image ci-dessus est un effet optique lié à la photo et n'est pas présent sur le tissu.

c. *Observation au microscope*

Nous avons constaté la répartition uniforme du colorant sur toute la surface du tissu sur le plan macroscopique (bon unisson). Nous avons voulu observer comment le colorant se répartit dans les fibres à l'échelle microscopique. Pour cela, nous avons réalisé des coupes transversales des faisceaux de fibres teintes par micro-ondes.

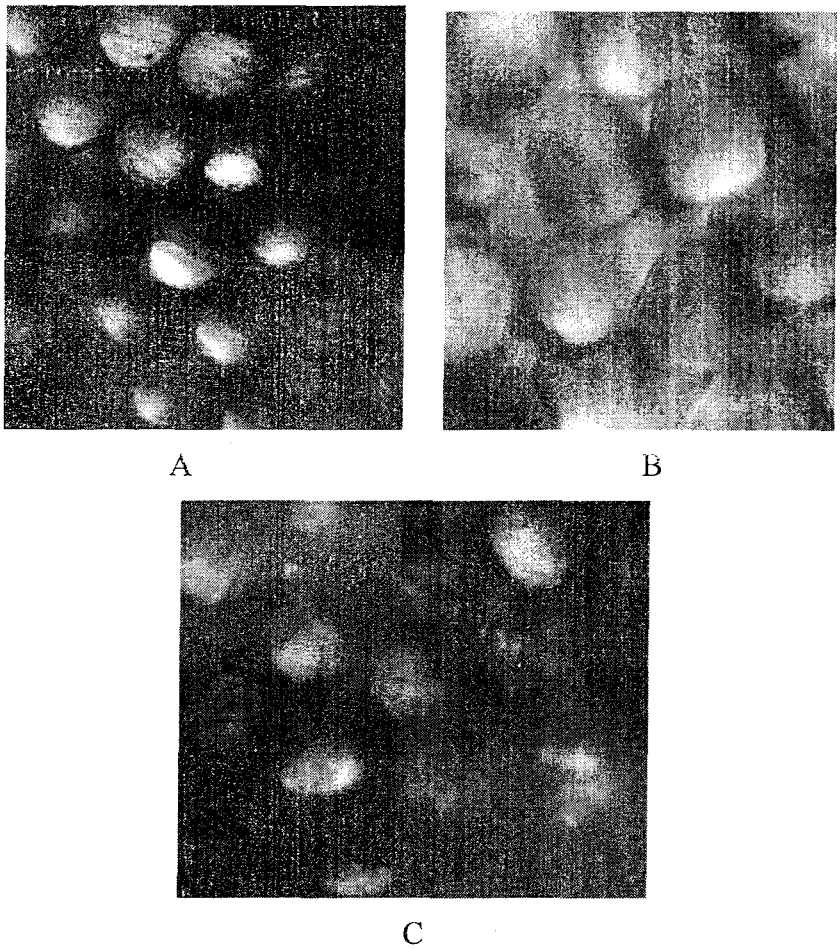


Figure 107 : Coupes microscopiques des fibres de polyester teintes (A) avec le colorant bleu, (B) avec le colorant rouge et (C) avec le colorant marine

Comme on peut le voir sur les images ci-dessus et comme c'est le cas pour la teinture du coton et de la laine, les fibres sont teintes à cœur.

B. ETUDE DE LA TEINTURE DU POLYESTER EN COLORANT DISPERSE

I. *RAPPEL DES PARAMETRES DE L'ETUDE*

Colorants utilisés	Bleu dianix E-R 150% Rubine dianix SEB Marine dianix S-2G 200%
Puissance micro-onde	0 W 600 W 1200 W
Température (cylindre ou air pulsé)	150 °C 170 °C 190 °C 210 °C
Temps de traitement	10 s 30 s 1 min 2 min 3 min

Il a parfois été nécessaire de réaliser des essais à des temps intermédiaires afin d'obtenir des allures de courbe correctes.

Nous allons maintenant étudier plus précisément le comportement tinctorial des trois colorants choisis sous champ micro-onde. Nous verrons tout d'abord que l'utilisation des micro-ondes permet d'augmente les vitesses de teinture. Puis nous regarderons plus précisément la cinétique de fixation des colorants. Enfin, nous conclurons sur les effets des micro-ondes sur la fixation des colorants.

II. *RENDEMENT TINCTORIAL EN FONCTION DE LA TEMPERATURE*

Le paragraphe suivant décrit l'évolution de K/S à λmax en fonction des différents paramètres de teinture et présente plus particulièrement les variations de K/S à λmax en fonction du temps à une température donnée.

En parallèle de ces courbes, nous voyons le séchage du tissu. Pour cela, on avons tracé le taux d'humidité du tissu en fonction du temps de traitement à une température donnée.

Légende des graphiques suivants :

Elément de légende	*Signification*
Sans MO / 0W	contact avec les cylindres chauffés sans émission de micro-onde
600 W	contact avec les cylindres chauffés et exposition simultanée à une puissance émise de 600W de micro-onde
1200 W	contact avec les cylindres chauffés et exposition simultanée à une puissance émise de 1200W de micro-onde
AP	exposition à un flux d'air chaud (air pulsé)

1. Séchage

a. Mode opératoire

Le but de ces essais est d'observer la façon dont évolue le taux d'humidité dans le tissu en fonction du temps de traitement.

Afin d'évaluer le taux d'humidité dans le tissu, nous avons pesé la masse d'eau qu'il contenait encore après le traitement. Nous avons donc pesé le tissu avant foulardage et après traitement afin de déterminer la masse d'eau restante sur le tissu et en avons déduit son taux d'humidité. En ce qui concerne les conditions opératoires, elles sont les mêmes que pour la teinture et sont rappelées au chapitre III.A.I.

b. Graphiques

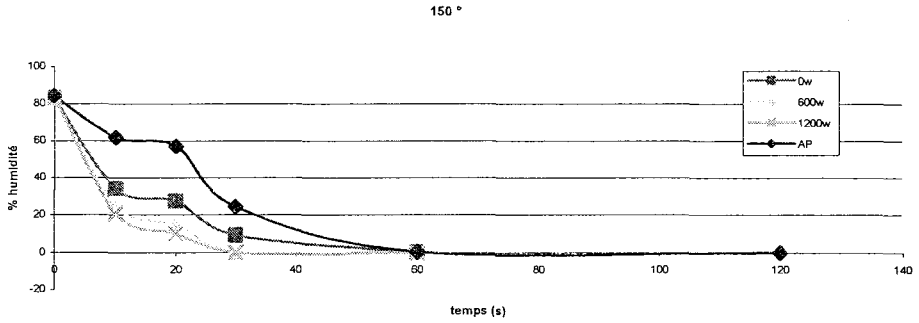


Figure 108 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 150°C

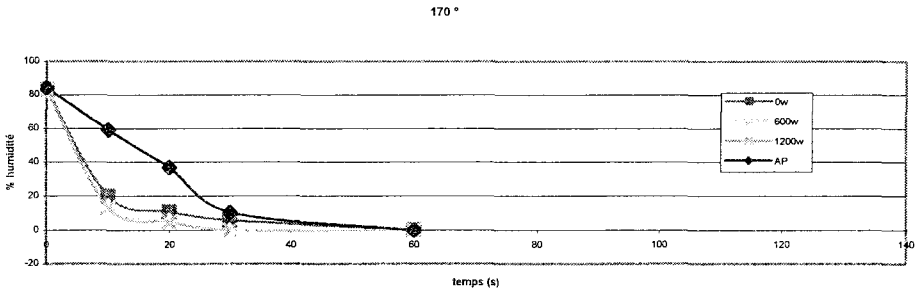


Figure 109 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 170°C

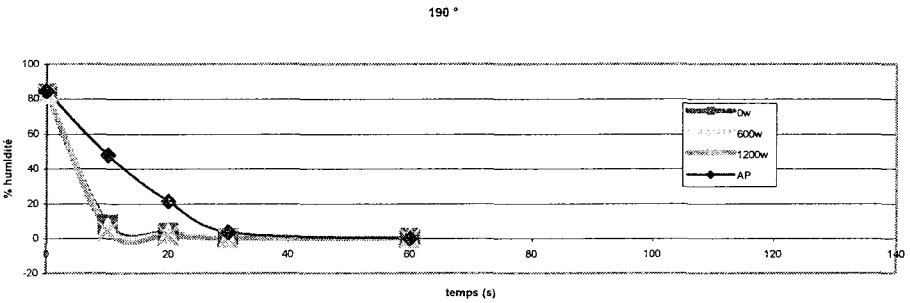


Figure 110 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 190°C

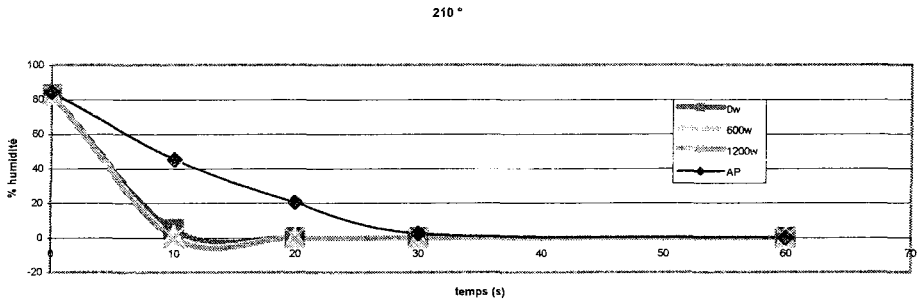


Figure 111 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 210°C

c. Commentaires

Quelque soit le mode de séchage utilisé, on remarque que celui-ci prend au maximum 1min. En ce qui concerne les essais réalisés sur le pilote micro-onde, on constate que l'effet des micro-ondes sur la vitesse de séchage est faible par rapport à l'énergie thermique apportée par les cylindres chauffants et que celui-ci diminue quand la température augmente. De plus, lorsque l'on double la puissance micro-onde (on passe de 600W à 1200W) on influence peu le séchage du tissu, surtout pour les températures les plus élevées.
A des températures de 190°C et 210°C le séchage est très rapide puisque le tissu perd plus de 95% de son humidité en moins de 10s.

On constate également que le tissu sèche plus rapidement dans le pilote micro-onde que sur rame. Ceci peut s'expliquer en partie par le fait que le taux d'emport est plus élevé pour les essais réalisés sur rame. Le foulard utilisé étant différent de celui utilisé avec le pilote micro-onde.

2. Teinture

a. Teinture avec le colorant bleu dianix E-R 150%

Il s'agit du colorant de faible énergie de fixation, sa masse molaire est de 349,14 g/mol. Habituellement, il n'est par utilisé pour le thermosolage, mais plutôt pour la teinture à basse température (98°C) en particulier des mélanges polyester-laine.

i. Graphiques

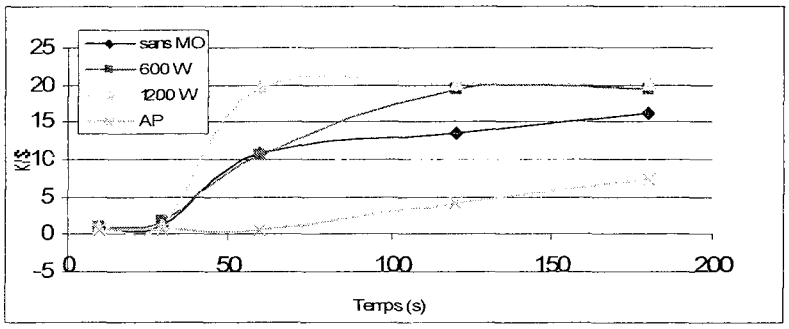


Figure 112 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 150°C avec le colorant bleu

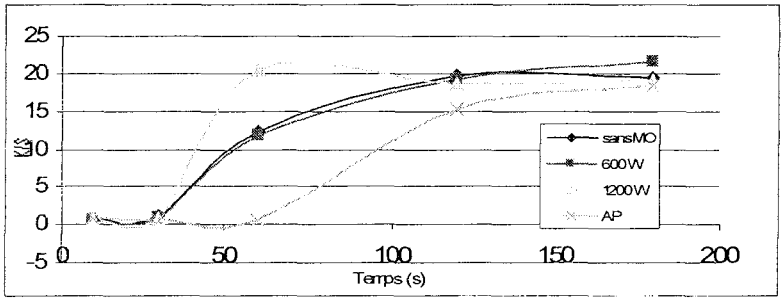


Figure 113 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 170°C avec le colorant bleu

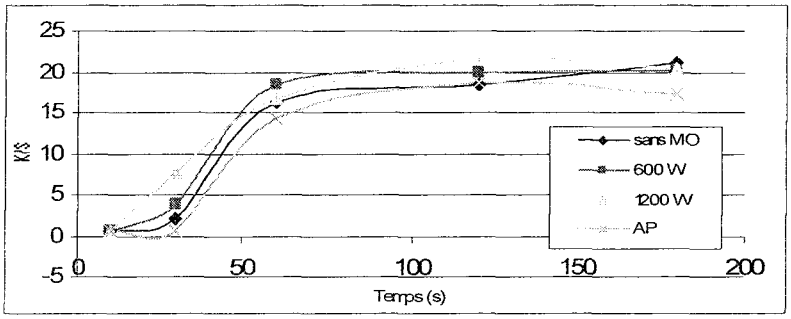


Figure 114 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 190°C avec le colorant bleu

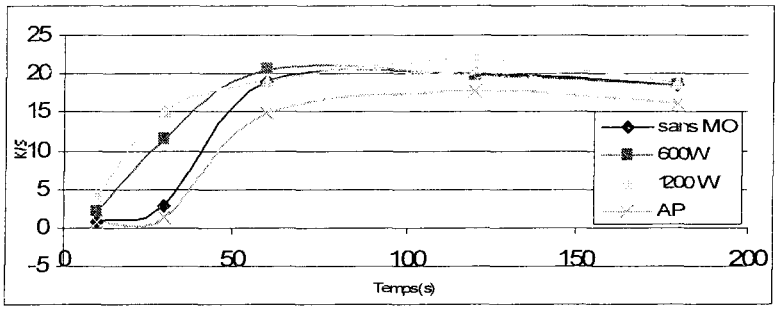


Figure 115 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 210°C avec le colorant bleu

ii. Commentaires

Que ce soit sur le pilote de laboratoire ou sur rame, les courbes ont a peu près la même forme.

On remarque en début de teinture un temps de latence pendant lequel le K/Smax n'évolue pas. Ce temps de latence diminue quand la température augmente et est plus faible sur le pilote micro-onde. De plus, à partir de 170°C avec 1200W de micro-ondes et à 210 °C avec 600W de micro-ondes, ce temps de latence n'apparaît plus sur les courbes. Dans ces conditions, il est donc inférieur au temps de séchage du tissu.

Puis on observe une augmentation du K/Smax jusqu'à atteindre un palier qui correspond au rendement maximum. Le K/Smax augmente plus rapidement sur le pilote micro-onde que sur rame. Il semble que les micro-ondes permettent une augmentation plus rapide de K/Smax et donc d'augmenter la vitesse de teinture. Il faut à peine une minute sous 1200W micro-onde pour obtenir la saturation.

En ce qui concerne la teinture sur rame à 150°C, le palier n'est pas encore atteint après trois minutes de traitement, il aurait fallu prolonger la teinture pour l'observer.

b. Teinture avec le clorant rubine dianix SEB

Il s'agit d'un colorant de moyenne énergie de fixation, sa masse molaire est de 439,42 g/mol. Il est utilisé pour la teinture à haute température (130°C) et pour le thermosolage à 200 – 210°C.

Il offre des solidités à l'usage meilleures que le colorant bleu.

i. Graphiques

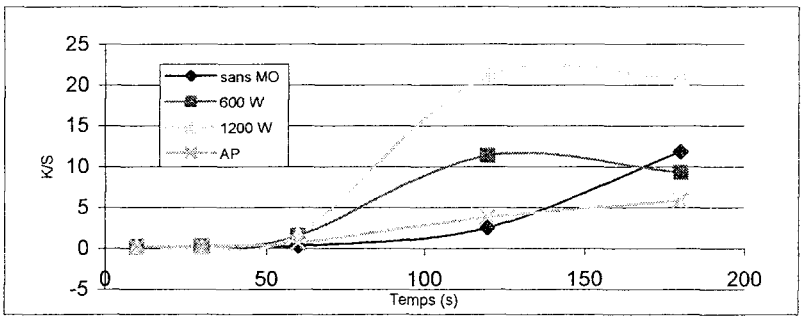


Figure 116 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 150°C avec le colorant rouge

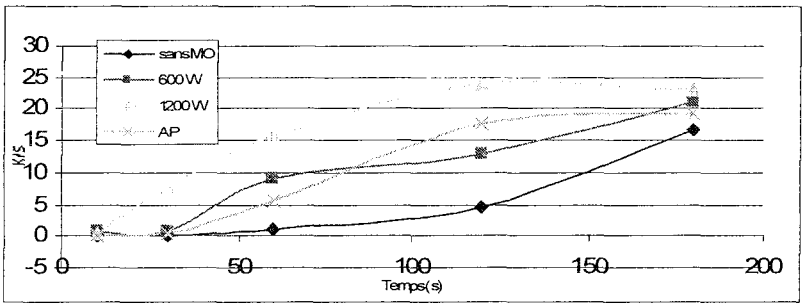


Figure 117 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 170°C avec le colorant rouge

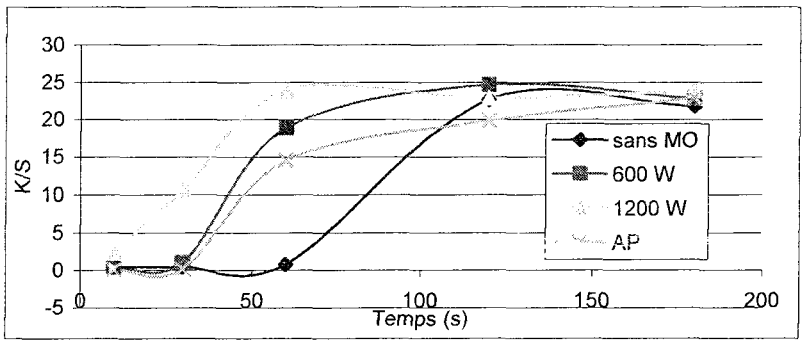


Figure 118 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 190°C avec le colorant rouge

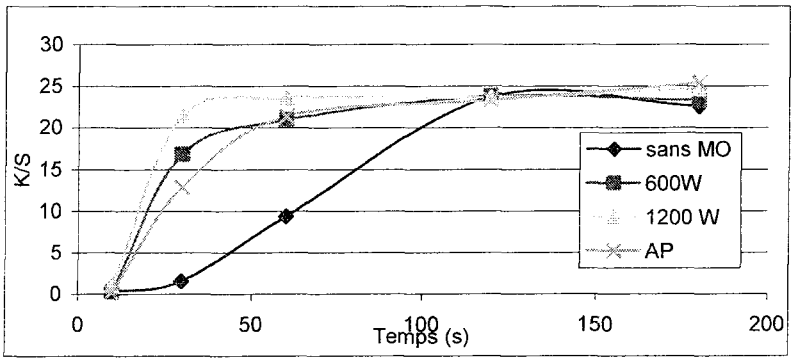


Figure 119 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 210°C avec le colorant rouge

ii. Commentaires

Comme pour le colorant bleu, on constate un temps de latence qui pour les trois premières températures est plus long pour le colorant rouge que pour le colorant bleu. Ce temps de latence diminue avec l'augmentation de la température et/ou de la puissance micro-onde. On remarque cette fois que le temps de latence est observé à toutes les températures pour le traitement avec la chaleur de contact sans exposition aux micro-onde, alors qu'il n'est plus observé dés 170°C avec 1200W de micro-ondes et dés 210°C avec 600W. De même, sur la rame à 210°C, le temps de latence n'est plus visible.

De plus, aux températures les plus basses, il n'y a que sous 1200W de micro-ondes que le palier est atteint. Pour les autres conditions opératoires, il serait nécessaire de prolonger la teinture.

Cette fois, l'effet des micro-ondes est plus marqué que pour le colorant bleu. Il faut deux minutes à 150°C avec 1200W de micro-ondes pour atteindre le palier, alors qu'il faut 40°C de plus pour l'atteindre sans micro-onde.

c. Teinture avec le colorant marine dianix S-2G 200%

Il s'agit d'un colorant de haute énergie de fixation, sa masse molaire est de 639,41 g/mol, soit plus de 1,8 fois celle du colorant bleu. Il est utilisé pour la teinture en procédé thermosol à 210 – 220°C et pour la teinture à haute température. Il est déconseillé pour la teinture avec véhiculeur.

i. Graphiques

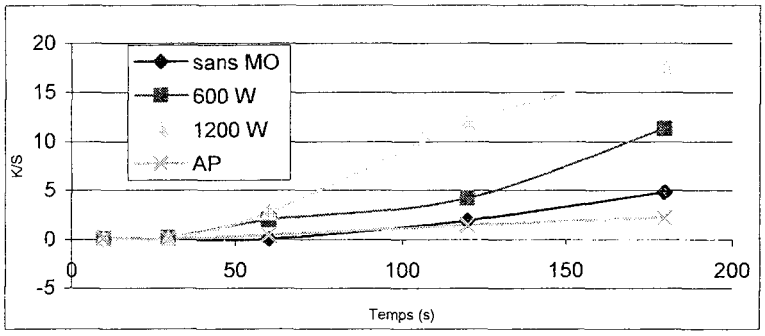


Figure 120 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 150°C avec le colorant marine

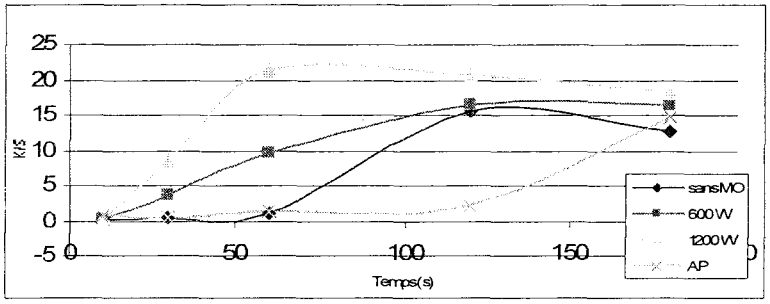


Figure 121 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 170°C avec le colorant marine

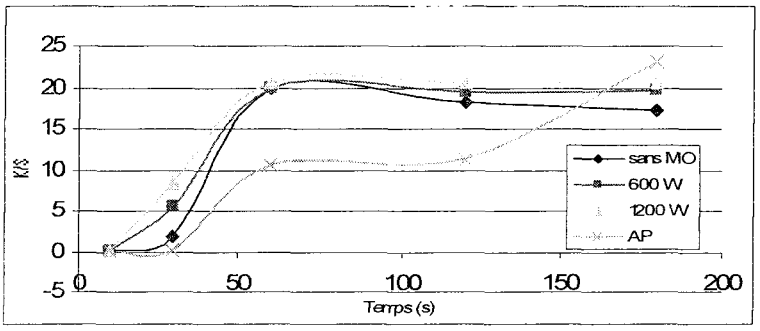


Figure 122 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 190°C avec le colorant marine

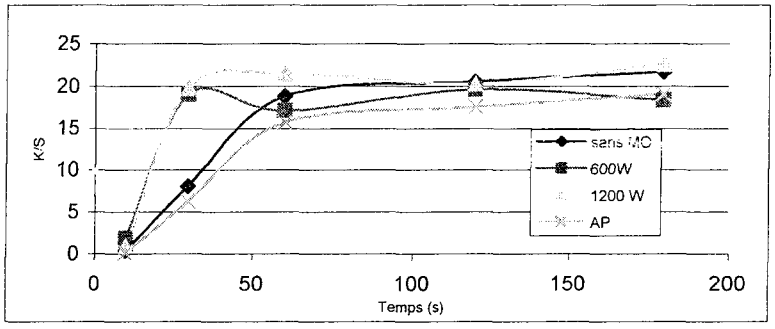


Figure 123 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 210°C avec le colorant marine

ii. Commentaires

Comme pour les deux autres colorants, on observe un temps de latence qui diminue avec l'augmentation de la température et/ou de la puissance micro-onde. A la différence du colorant bleu et du colorant rouge, ce temps de latence n'est jamais observé à 210°C.

Comme pour le colorant rouge, le maximum de rendement n'est pas atteint au bout de trois minutes à 150°C et n'est atteint que sous 1200 W de micro-ondes à 190°C.

De manière générale, le temps de latence semble équivalent ou légèrement inférieur à celui du colorant rouge.

On constate qu'il faut plus d'énergie pour teindre le polyester avec le colorant marine que pour le teindre avec le colorant bleu. En ce qui concerne le colorant rouge, cette augmentation de l'énergie nécessaire est moins visible.

3. Conclusions

Comme le montrent les graphiques ci-dessus, plus les colorants ont une taille importante, plus il faut d'énergie pour les fixer. De plus, on voit que l'utilisation des micro-ondes permet de réaliser la teinture plus rapidement et à des températures plus basses.

De plus, on constate que l'effet des micro-ondes sur la teinture est plus marqué à basse température qu'à haute température.

Il suffit donc de 45 secondes pour teindre le polyester avec le colorant bleu à 170°C avec 1200 Watt de micro-onde. Pour le rouge il faut 2 min à 170°C avec 1200 Watt de micro-onde ou 60 s à 190°C avec 1200W. Il faut 1 min à 170°C avec 1200 Watt de micro-onde pour le marine. Ainsi comme nous l'avons vu précédemment les micro-ondes permettent de réduire les temps de fixation et d'augmenter le rendement pour une température et un temps donné.

Un temps de latence est observable pour les trois colorants, mais celui-ci n'est pas de la même durée et ne s'estompe pas au même moment pour les trois colorants.

Nous pensions dans un premier temps, que ce temps de latence était lié au séchage du tissu au début du traitement. Or, dans certains cas, ce temps de latence est supérieur au temps de séchage du tissu. De plus, nous avons constaté que si nous séchons le tissu sous rayonnement infrarouge avant de le faire défiler dans le pilote micro-onde, la teinture était moins bonne.

Le graphique ci-dessous présente les temps de séchage et de latence du tissu en fonction de la température, du mode de traitement et de la puissance micro-onde.

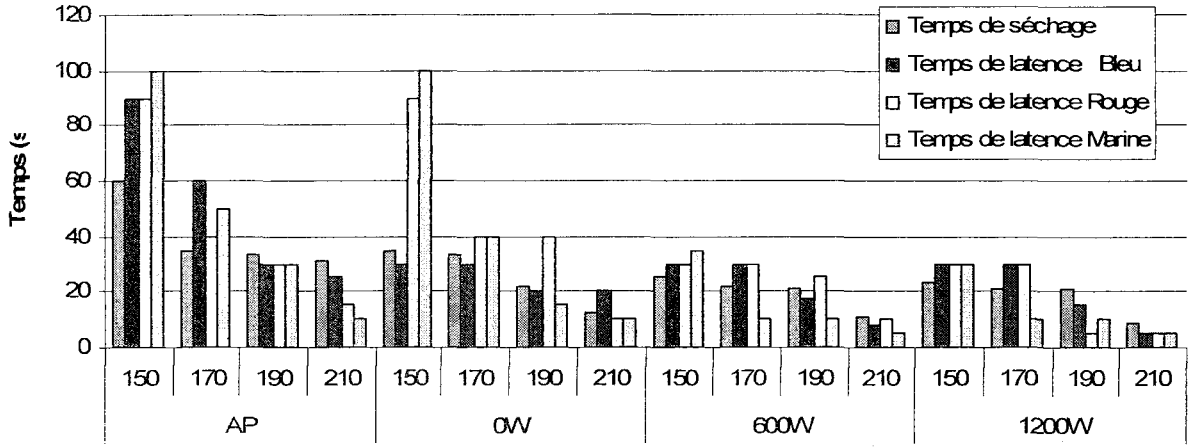


Figure 124 : les temps de séchage et de latence du tissu teint avec les différents colorants en fonction de la température, du mode de traitement et de la puissance micro-onde

De manière générale, on constate que le temps de séchage est inférieur au temps de latence pour les basses températures, sauf pour le bleu sur le pilote de laboratoire sans exposition aux micro-ondes. Quand la température de traitement augmente, on constate l'effet inverse, c'est-à-dire que le temps de séchage et supérieur au temps de latence.
Puisque le temps de latence ne correspond pas au séchage et dépend de l'énergie de fixation du colorant, nous pensons que celui-ci est plutôt lié aux phénomènes se produisant pendant la teinture.

De plus, bien que le temps de séchage soit réduit grâce aux micro-ondes, la température a davantage d'influence sur celui-ci que la puissance micro-onde émise.
En ce qui concerne la teinture, nous constatons que les micro-ondes permettent de réduire considérablement les temps de latence particulièrement à basse température (150°C) pour les colorants de forte énergie de fixation (le rouge et le marine).

Ainsi les résultats ci-dessus montrent les avantages des micro-ondes sur la cinétique globale de la teinture.

Nous allons maintenant essayer d'appliquer les modèles mathématiques vus précédemment à la cinétique globale de teinture et comparer les différentes puissances de micro-onde ainsi que l'utilisation de l'air chaud.
Nous allons donc étudier la vitesse de fixation du colorant sur la fibre et nous allons également regarder si les lois de Fick s'appliquent à notre étude.

III. MODELE I

Comme indiqué au chapitre I.C.IV.3.c.ii, nous allons voir si la teinture du polyester avec les colorants dispersés suit le modèle I. Si elle le suit, on a alors :

$$dC/dt = k\,C$$

Où C est la concentration en colorant dans la fibre et k la constante de vitesse de fixation.

En intégrant cette équation on obtient :

$$\ln C = -kt + \text{constante}$$

Les graphiques suivants présentent l'évolution du K/S et donc de la concentration en colorant dans la fibre de PET en fonction du temps de traitement pour un des trois colorants, le bleu dianix E-R.

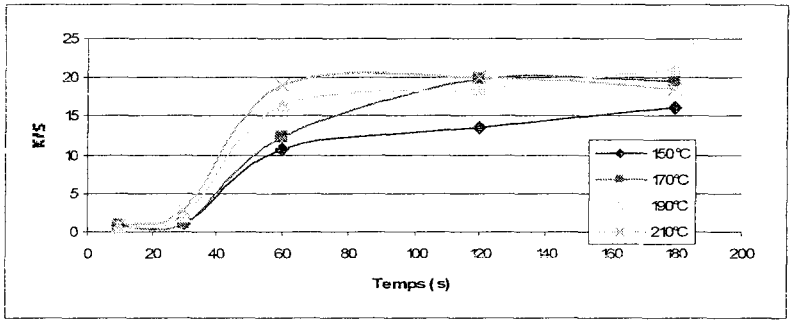


Figure 125 : l'évolution du K/Smax en fonction du temps de traitement pour le colorant bleu dianix E-R 150% sur le pilote micro-onde sans émission de micro-onde

Comme on peut le voir ci-dessus, pour certaines conditions opératoires, le rendement maximum de teinture est atteint : la concentration en colorant dans la fibre de PET (C_f) n'évolue plus. Nous souhaitons observer la vitesse de fixation du colorant dans la fibre, nous nous intéresserons donc uniquement à la période pendant laquelle C_f c'est-à-dire K/Smax évolue.

Ce phénomène de rendement maximum atteint est également visible lorsqu'on trace ln(K/Smax).

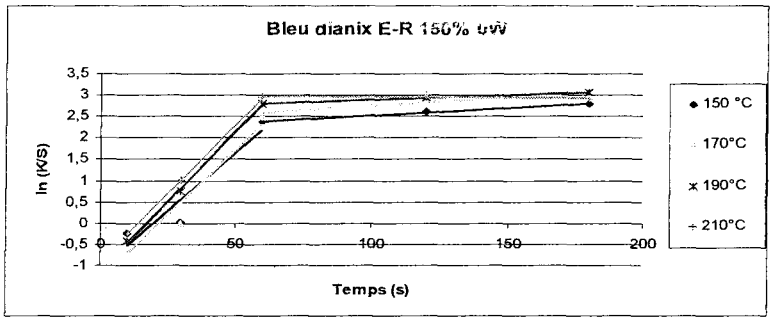


Figure 126 : Evolution du K/S en fonction du temps de traitement sur le pilote de laboratoire pour le colorant bleu sous une puissance micro-onde émise de 0 W

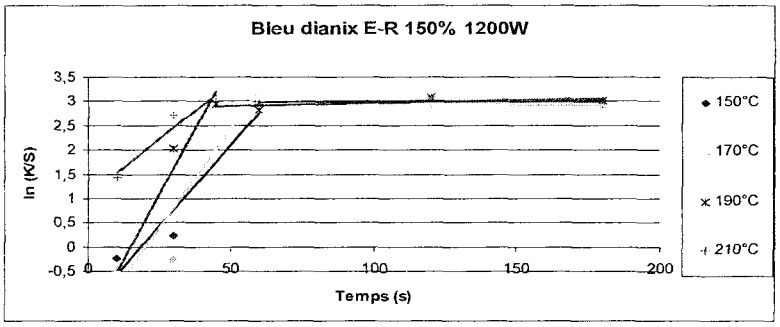


Figure 127 : Evolution du K/S en fonction du temps de traitement sur le pilote de laboratoire pour le colorant bleu sous une puissance micro-onde émise de 1200 W

L'évolution du K/S est du même ordre pour les trois colorants, les courbes du bleu sont données dans ce chapitre à titre d'exemple. On peut retrouver l'ensemble de ces courbes pour les trois colorants et l'ensemble des conditions opératoires aux chapitres III.B.II.2 et annexe 12.

Nous allons donc tracer la courbe ln (K/S) = f(t) pour la période où K/S évolue. L'allure de cette courbe est une droite d'équation f(t) = k.t + cste

D'où $\ln (K/S) = k.t + cste$

Et $K/S = F.C_f$

$\ln (C_f) = k.t + cste'$

La pente de la droite est donc la constante de vitesse k. Grâce à celle-ci, nous calculerons l'énergie d'activation en utilisant la loi d'Arrhénius :

$$d\ln k / dT = E / RT^2$$

qui donne, par intégration :

$$\ln k = -(E / RT) + cste$$

En traçant le graphique lnk = f(1/T), nous obtiendrons la pente -E / R et nous calculerons E.

Comme précédemment, nous illustrons quelques résultats pour le colorant bleu à titre d'exemple mais l'ensemble des courbes sera visible en annexe 12.

1. Résultats

Nous obtenons des graphiques comparables pour les différentes puissances et les trois

colorants.

Nous en présentons deux pour les colorant bleu en figure 129 et 130. Nous récapitulons les valeurs de k et de E dans les tableaux suivants (figure 131 à 133).

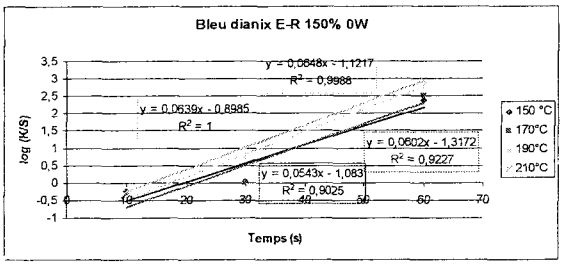


Figure 128 : la colorant bleu sur pilote de laboratoire avec 0 W dans une cinétique de premier ordre

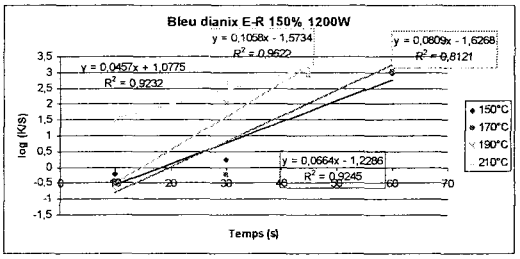


Figure 129 : la colorant bleu sur pilote de laboratoire avec 1200 W dans une cinétique de premier ordre

Pour l'ensemble des résultats suivants, nous obtenons la valeur de la constante de vitesse k pour quatre températures de teinture différentes. Or, trois suffisent pour déterminer la valeur de l'énergie d'activation E. Quand cela est nécessaire, nous avons donc choisi d'exclure une des valeurs de k de façon à obtenir un R^2 optimal pour la détermination de E (résultats indiqués en gris).

2% Bleu dianix E-R 150%	$k_{150°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{170°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{190°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{210°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	E (kJ/mol) *Coeff. dét.*
Pilote labo	0.0543	0.0602	0.0648	0.0639	4.858
0 W	*0.9025*	*0.9227*	*0.9988*	*1*	*0.8432*
Pilote labo	0.0482	0.0596	0.0648	0.066	9.448
600 W	*0.9541*	*0.9172*	*0.9804*	*0.9493*	*0.939*
Pilote labo	0.0664	0.0809	0.1058	0.0457	18.926
1200 W	*0.9245*	*0.8121*	*0.9622*	*0.9232*	*0.9893*
Air pulsé	0.017	0.0231	0.0335	0.0302	18.096
	0.9287	*0.8519*	*0.7467*	*0.7693*	*0.8207*

Figure 130 : Valeurs de la constante de vitesse k et de l'énergie d'activation pour le colorant bleu

2% Rubine dianix SEB	$k_{150°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{170°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{190°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{210°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	E (kJ/mol) *Coeff. dét.*
Pilote labo	0.0269	0.0287	0.0377	0.0695	13.613
0 W	*0.98839*	*0.9677*	*0.9091*	*0.989*	*0.8707*
Pilote labo	0.0259	0.0267	0.0556	0.1446	49.326
600 W	*0.8445*	*0.8415*	*0.9005*	*0.8641*	*0.8591*
Pilote labo	0.045	0.0501	0.0447	0.0944	21.805
1200 W	*0.9004*	*0.7357*	*0.9216*	*0.8575*	*0.9468*
Air pulsé	0.0219	0.0435	0.0514	0.0882	38.562
	0.9516	*0.8823*	*0.7721*	*0.7347*	*0.9783*

Figure 131 : Valeurs de la constante de vitesse k et de l'énergie d'activation pour le colorant rouge

2% Marine dianix S-2G 200%	$k_{150°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{170°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{190°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$k_{210°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	E (kJ/mol) *Coeff. dét.*
Pilote labo	0.03	0.0497	0.1011	0.1128	40.046
0 W	*0.864*	*0.9511*	*0.9765*	*0.9261*	*0.9509*
Pilote labo	0.0293	0.1048	0.1727	0.1161	72.131
600 W	*0.8671*	*0.7901*	*0.8999*	*0.9502*	*0.9529*
Pilote labo	0.0351	0.1168	0.1817	0.1535	67.399
1200 W	*0.8251*	*0.7719*	*0.8884*	*0.9979*	*0.9458*
Air pulsé	0.0204	0.0196	0.037	0.0925	43.172
	0.896	*0.9057*	*0.949*	*0.8029*	*0.8207*

Figure 132 : Valeurs de la constante de vitesse k et de l'énergie d'activation pour le colorant marine

2. Commentaires

Les tableaux ci-dessus représentent les valeurs des constantes de vitesse k et les énergies d'activation pour le modèle mathématique I. Ils donnent également la valeur des coefficients de détermination R^2 pour chacune des droites tracées (cf. annexe 12). Pour certaines conditions opératoires les valeurs des coefficients de détermination ne sont pas très bonnes.

Ces données nous permettent malgré tout de dégager une tendance dans le comportement des colorants.

On constate que globalement la constante de vitesse k augmente avec la température, et avec la puissance micro-onde, même si il y a peu de différence dans les valeurs de k sur le pilote de

laboratoire sans micro-onde et avec 600W de micro-ondes.

Les valeurs d'énergie d'activation suivent la notion d'énergie de fixation décrite dans le chapitre III.A.II.2. Plus le colorant est de grosse taille moléculaire plus l'énergie d'activation est élevée.

En ce qui concerne l'évolution de l'énergie d'activation, elle est différente de celle constatée en chimie (chap I.A.III.2.d). En effet, on pouvait penser que les micro-ondes provoqueraient une diminution de l'énergie d'activation or, celle-ci augmente en présence de micro-ondes pour les trois colorants. La cinétique de teinture serait plus sensible à la température avec la présence de micro-ondes.

En ce qui concerne la teinture du polyester, l'étape principale est la diffusion du colorant dans la fibre. Nous allons donc maintenant étudier cette diffusion.

IV. ETUDE DE LA DIFFUSION

Nous allons maintenant étudier la diffusion du colorant dans la fibre en fonction du temps. Ce phénomène est décrit par les lois de Fick au paragraphe I.C.3.d.

La variation de la concentration en colorant dans la fibre avec le temps selon la deuxième loi de Fick s'écrit donc :

$$\partial C/\partial t = D \,.\, (\partial^2 C/\partial^2 x)$$

quand la diffusion se fait dans une seule direction.

L'intégration de cette loi est complexe. Vickerstaff propose une solution simplifiée si on considère la fibre comme un cylindre infiniment long et que l'on suppose que la diffusion est uniquement radiale. Pour un temps t loin de l'équilbre on peux alors écrire :

$$C_t / C_\infty = 2\,(Dt / \pi)^{1/2}$$

où C_t est la concentration en colorant dans la fibre au temps t,

C_∞ est la concentration en colorant dans la fibre à l'équilibre

D est le coefficient de diffusion

Nous allons utiliser cette relation simplifiée pour comparer la diffusion en fonction du type de traitement. Nous allons donc tracer les graphes $K/S = f(t^{1/2})$.

L'évolution du K/S est du même ordre pour les trois colorants, les courbes du bleu sont données dans ce chapitre à titre d'exemple. On peut retrouver l'ensemble de ces courbes pour les trois colorants et l'ensemble des conditions opératoires en annexe 12.

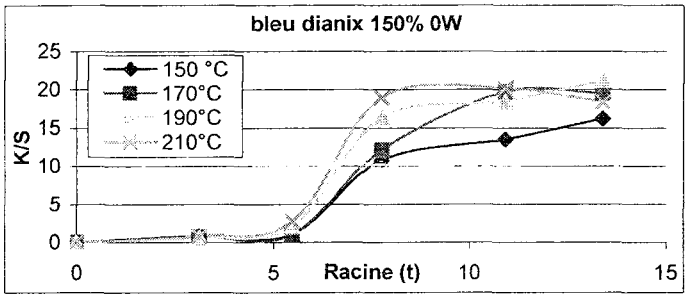


Figure 133 : Variation du K/Smax en fonction de √(t) pour le colorant bleu sur le pilote micro-onde sans ajout de micro-ondes

Comme on peut le voir sur le graphe ci-dessus, les courbes peuvent se décomposer en trois parties. La première partie correspond au temps de latence déjà abordés précédemment. La seconde partie montre la diffusion du colorant dans la fibre, c'est cette droite que nous voulons étudier. Dans la dernière partie, la quantité de colorant dans la fibre n'évolue plus, le maximum de rendement est atteint.

Pour étudier la diffusion, nous devons donc tracé la droite correspondant à la deuxième partie de la courbe K/Smax = f(√t). Nous obtenons une droite d'équation K/Smax = at + b. La pente a de cette droite est proportionnel au coefficient de diffusion D.

$$a = 2\, C_\infty \sqrt{(D/\pi)}$$

où D s'exprime en s^{-1}

a est exprimé en $g.kg^{-1}.s^{-1/2}$

En traçant cette droite on obtient donc le graphique suivant :

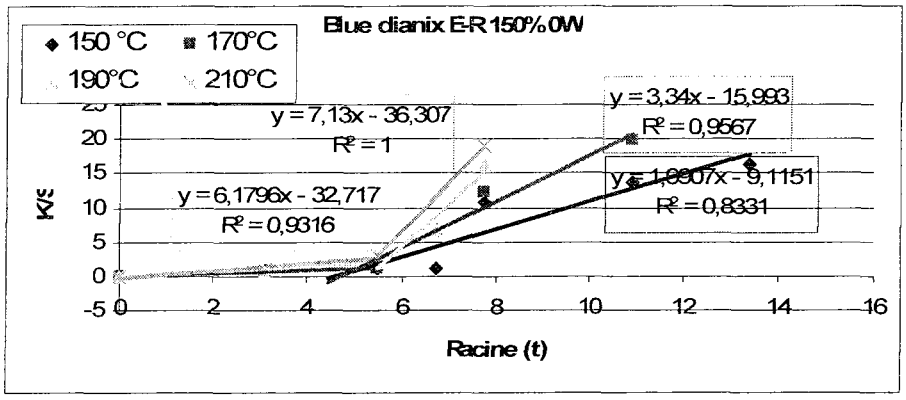


Figure 134 : Diffusion du colorant bleu dans le PET sur le pilote micro-onde sans ajout de micro-onde en fonction de √(t)

1. Résultats

Les tableaux du coefficient directeur a de la droite K/Smax = f(√(t)) et de l'énergie d'activation de diffusion E_d pour chacun des trois colorants.

2% Bleu dianix E-R 150%	$a_{150°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{170°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{190°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{210°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	E_d (kJ/mol) *Coeff. dét.*
Pilote labo	1.9907	3.34	6.1796	7.13	75.983
0 W	*0.8331*	*0.9567*	*0.9316*	*1*	*0.963*
Pilote labo	3.2081	3.2451	5.9045	4.7418	23.453
600 W	*0.9887*	*0.957*	*0.9866*	*0.9866*	*0.8879*
Pilote labo	8.0029	8.8023	4.9529	4.4413	-39.429
1200 W	*0.9609*	*0.8566*	*0.9066*	*0.9868*	*0.7711*
Air pulsé	1.1757	3.1789	3.144	2.8639	46.812
	0.9952	*0.9221*	*0.8498*	*0.8049*	*0.5481*

Figure 135 : Valeurs de pente a de la droite K/Smax=(√(t)) qui est proportionnel au coefficient de diffusion D pour le colorant bleu

2% Rubine dianix SEB	$a_{150°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{170°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{190°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{210°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	E_d (kJ/mol) *Coeff. dét.*
Pilote labo	1.9763	2.6656	4.3424	6.2035	66.469
0 W	*0.8354*	*0.8546*	*0.8547*	*0.9155*	*0.9879*
Pilote labo	1.4065	2.855	5.6324	6.7206	91.991
600 W	*0.7869*	*0.91*	*0.9322*	*0.9968*	*0.9612*
Pilote labo	3.9814	3.8115	3.8727	7.2229	36.367
1200 W	*0.876*	*0.989*	*0.9497*	*0.9696*	*0.8275*
Air pulsé	0.9079	2.5668	2.676	4.6189	84.338
	0.9986	*0.9547*	*0.8641*	*0.7347*	*0.8894*

Figure 136 : Valeurs de pente a de la droite K/Smax=(√(t)) qui est proportionnel au coefficient de diffusion D pour le colorant rouge

2% Marine dianix S-2G 200%	$a_{150°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{170°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{190°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	$a_{210°C}$ (min^{-1}) *Coeff. dét.*	E_d (kJ/mol) *Coeff. dét.*
Pilote labo 0 W	0.8261 *0.9624*	4.5185 *0.9678*	7.9638 *1*	4.1746 *0.981*	185.878 *0.9364*
Pilote labo 600 W	1.3153 *0.8793*	2.1478 *0.994*	4.1584 *0.927*	15.094 *0.9745*	134.323 *0.9313*
Pilote labo 1200 W	2.278 *0.9826*	4.6509 *0.9827*	4.6158 *0.9843*	6.8692 *0.8451*	56.588 *0.8745*
Air pulsé	0.5841 *0.9095*	2.207 *0.846*	2.7827 *0.9658*	2.3452 *0.9053*	77.003 *0.66*

Figure 137 : Valeurs de pente a de la droite K/Smax = ($\sqrt{(t)}$) qui est proportionnel au coefficient de diffusion D pour le colorant marine

2. Commentaires

Les tableaux ci-dessus présentent les valeurs de la pente a de la droite K/Smax = ($\sqrt{(t)}$) qui sont proportionnelles au coefficient de diffusion D pour chacun des trois colorants. Ils présentent également les valeurs des coefficients de détermination R^2 pour chacune des droites.

Les valeurs des coefficients de détermination sont de manière générale supérieures à celles obtenues pour le cas du modèle mathématique en Ln, même si quelques valeurs sont encore assez faibles.

De manière générale, comme les constantes de vitesse k calculées précédemment, le coefficient de diffusion D augmente avec la température sauf pour le colorant bleu sur le pilote de laboratoire avec 1200 W de micro-ondes. En effet, pour ce colorant, dans ces conditions opératoires, on constate une diminution du coefficient de diffusion avec la température. Ce phénomène s'explique par le fait que ce colorant a une température d'utilisation faible (aux environs de 180 – 190°C). A 210°C, avec en plus un apport d'énergie complémentaire par les micro-onde, il y a compétition entre la teinture, c'est-à-dire, la diffusion du colorant dans la fibre et la sublimation de celui-ci dans l'atmosphère. Nous avons d'ailleurs constaté dans ces conditions un dépôt de colorants sur la surface interne de l'enceinte micro-onde.

V. CONCLUSIONS

1. Généralités

Dans cette partie, nous avons étudié le comportement tinctorial de la fibre de polyester teinte à la continue avec trois colorants dispersés d'énergies de fixation différentes. Pendant cette étude, nous avons fait varier différents paramètres :

- le mode de fixation : par air pulsé ou par chaleur de contact
- la température
- le temps
- la puissance micro-onde

Lors de la teinture à la continue du polyester, la température influe principalement sur deux phénomènes, la mobilité des chaînes macromoléculaires du polyester dans les zones amorphes et l'état physique du colorant. En effet, les colorants dispersés étant sublimables, lorsque l'on dépasse la température de sublimation celui-ci est sous forme de vapeur. De plus, l'énergie mise en jeu contribue au séchage de l'eau.

L'utilisation des micro-ondes permet pour une température donnée de diminuer la durée de la teinture. De même, pour une durée de teinture donnée, l'ajout de micro-ondes permet de diminuer la température de traitement. Un temps de latence a été constaté. Ce temps, avant lequel il n'y a pas de diffusion du colorant, diminue avec l'augmentation de la température et de la puissance micro-onde.

2. Cinétiques de teinture et de diffusion

Dans cette partie, nous avons essayé de comprendre l'action des micro-ondes sur la teinture du polyester en colorants dispersés. Dans cette optique, nous avons voulu étudier les cinétiques de teinture du PET par trois colorants de taille moléculaires et de températures de sublimation différentes. Nous avons donc réalisé des teintures à différentes températures, avec et sans ajout de micro-ondes pour différents temps de traitements et avons calculé les constantes de vitesse de teinture k et les coefficients directeurs a de la droite $f(K/S) = 1/\sqrt{(t)}$, proportionnels aux coefficients de diffusion D des lois de Fick pour chacun des colorants ainsi que les énergies d'activation correspondantes.

On peut décomposer les courbes donnant la concentration en colorant dans la fibre (K/S) en

fonction du temps en trois parties distinctes :

- Une phase de latence, qui consiste à la fois au séchage du tissu et à la mise en température du tissu et du colorant, c'est-à-dire le temps nécessaire pour que le colorant commence à se sublimer et pour que les chaînes macromoléculaires du polyester soient suffisamment libres pour permettre au colorant de diffuser.

- Une phase d'augmentation de la quantité de colorant dans la fibre qui est la phase de diffusion.

- La dernière phase n'est pas visible sur toute les courbes (il aurait fallut dans certains cas prolonger le temps de traitement) correspond à une stabilisation de la quantité de colorants dans la fibre, la fin de la teinture.

Qualitativement, k correspond à la cinétique totale du phénomène, prenant en compte le séchage, la latence et la teinture. Le coefficient de diffusion, représenté par a, correspond à la deuxième phase du traitement, après le temps de latence, et devrait être plus représentatif du phénomène de diffusion du colorant dans la fibre

Les graphiques ci-dessous rappellent les valeurs des k pour une cinétique de premier ordre et de a, proportionnel au coefficient de diffusion, en fonction des différents paramètres de l'étude.

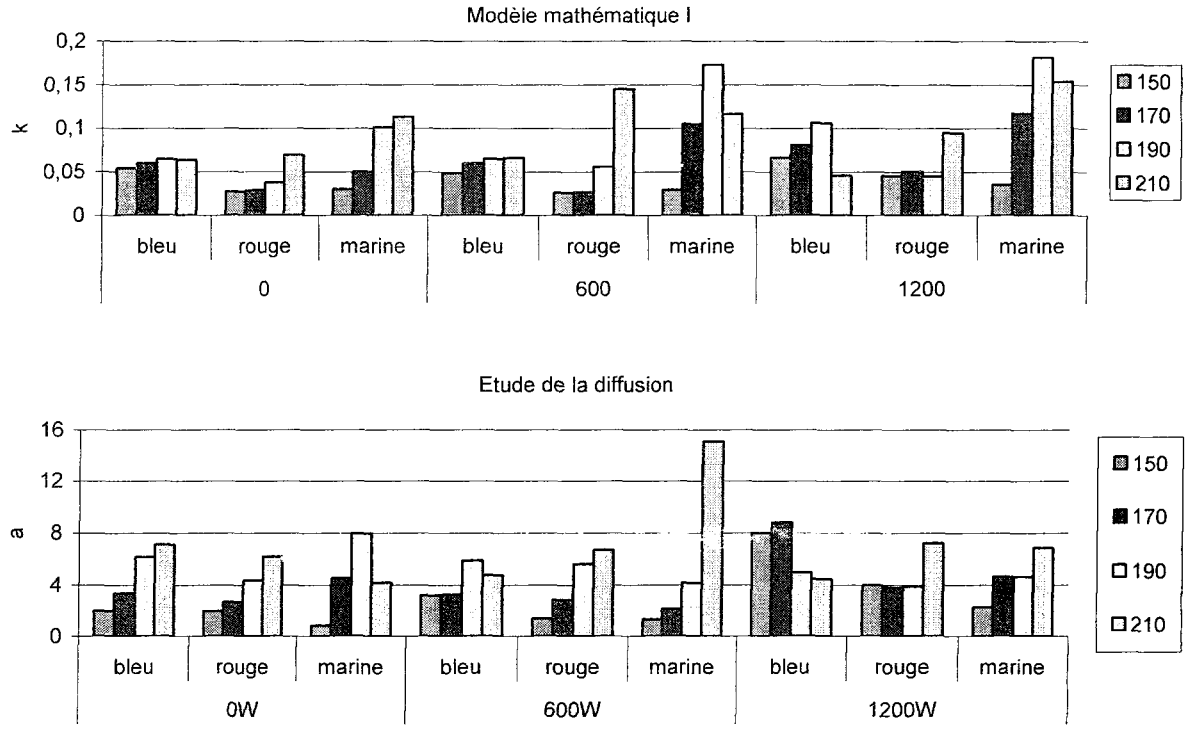


Figure 138 : Valeurs de la constante de vitesse k et de a = c.√(D) en fonction des différents paramètres de teinture pour les trois colorants

Sans micro-ondes, pour des températures comprises entre 150°C et 190°C, k et a évoluent de la même façon, c'est-à-dire qu'ils augmentent avec la température. Pour la température le plus élevée (210°C), il y a concurrence entre le teinture et la sublimation du colorant qui s'échappe dans l'enceinte et va se déposer sur les parois. Dans la pratique, ce phénomène est très visible pour les colorants bleu et rouge. Il se constate également pour le calcul de l'énergie d'activation de diffusion en particulier pour le colorant bleu. En effet, pour une puissance micro-onde de 1200 W, E_d est négative, ceci s'explique par le fait que a diminue à 190 et 210°C du fait de la compétition entre diffusion du colorant dans la fibre et l'évaporation du colorant.

Les micro-ondes sont susceptibles d'interagir avec le tissu, mais celui-ci est très peu polaire et possède une constante diélectrique ε_r' de 4 et un facteur de perte de 0,04 à la fréquence de 2450 MHz, nous pouvons donc considérer que comparativement à l'eau, il est pratiquement transparent aux micro-ondes. Elles peuvent aussi agir sur le bain de teinture, c'est-à-dire sur le solvant, l'eau, qui est très polaire et possède une constante diélectrique ε_r' de 76 et un facteur de perte de 12 à 25°C à la fréquence de 2450 MHz et qui s'échauffe très rapidement sous micro-ondes et les colorants qui sont polarisables. Elles peuvent également interagir avec les additifs (anti-agglomérant, anti-poussière, dispersant...) ajoutés aux poudres colorantes commerciales que nous avons utilisés. Nous ne connaissons malheureusement ni la nature, ni les proportions de ces additifs.

a. Temps de latence

Les micro-ondes agissent sur l'eau et donc la cinétique de séchage du tissu, les effets étant plus visibles à basse température. Comme nous l'avons vu dans le chapitre I, les mécanismes de séchage sous champ micro-onde ne sont pas les mêmes que ceux du séchage convectif et l'ajout des micro-ondes permet de diminuer le temps de séchage.

Le tableau ci-dessous rappelle les valeurs des températures de sublimation des colorant en fonction des différentes méthodes de mesure (cf chapitre III.A.IV.2). Comme on a pu le voir précédemment, les micro-ondes ne modifient pas la température de migration des colorants. Par contre pour une température donnée, ils augmentent la quantité de colorants ayant migré vers le PET vierge.

Colorant	*Bleu*	*Rouge*	*Marine*
T_s par migration	147 °C	150 °C	170 °C
T_s par DSC	142 °C	140 °C	183 °C
T_s sur le pilote sans MO	entre 150 et 170°C	à partir de 170°C	à partir de 170°C
T_s sur le pilote à 1200W	entre 150 et 170°C	à partir de 170°C	à partir de 170°C
K/S à 190°C sans MO	0,0745	0,0416	0,0527
K/S à 190°C avec MO	0,1627	0,1426	0,0799

Figure 139 : Température de sublimation des trois colorants selon trois méthodes différente de mesure et action des micro-ondes sur la migration du colorant

La sublimation du colorant est endothermique. L'ensemble PET-colorant refroidit donc quand le colorant se sublime. Pour continuer à teindre il faut compenser ce refroidissement. Nous pensons que l'ajout de micro-ondes permet de compenser ce refroidissement plus rapidement que par simple chauffage conventionnel par le fait que la source de chaleur est extérieure au système. Le temps de compensation étant plus faible avec les micro-ondes, la diffusion est plus rapide comme cela a déjà été montré par Deruaz [46].

Nous allons maintenant observer l'influence des micro-ondes sur l'évolution du temps de latence pour chacun des trois colorants en fonction de la température. Globalement, pour une température donnée, le temps de latence diminue avec l'ajout de micro-onde.
Nous allons nous intéresser aux valeurs aux limites.

	Temps de latence en seconde à 150°C			*Temps de latence en seconde à 210°C*		
Puissance micro-onde (W)	*Bleu*	*Rouge*	*Marine*	*Bleu*	*Rouge*	*Marine*
0	30	90	100	20	10	10
600	30	30	35	8	10	5
1200	30	30	30	5	5	5

Figure 140 : Temps de latence en fonction de la température et de la puissance micro-onde

Pour le colorant bleu, dont la température de sublimation est petite, à basse température le temps de latence reste constant quand on ajoute les micro-ondes alors que pour les deux autres colorants qui ont des températures de sublimation supérieures à 150°C, le temps de latence diminue avec l'ajout de micro-ondes. Comme nous l'avons dit précédemment, la teinture ne peut commencer que lorsque le colorant et le PET sont à une température suffisante. Pour le bleu, la température des cylindres est supérieure à la température de sublimation du colorant, c'est donc le chauffage du polyester qui est l'étape limitante à basse température pour ce colorant. Le PET étant

peu réceptif aux micro-ondes, il est chauffé uniquement par les cylindres, c'est pourquoi l'ajout de micro-ondes ne permet pas de diminuer le temps de latence. En ce qui concerne les deux autres colorants, ils ont besoin de plus d'énergie pour sublimer. Ils semble que les micro-ondes permettent donc d'apporter un complément d'énergie aux colorants qui sont polarisables, d'augmenter leurs vitesses de chauffage et donc de diminuer le temps de latence.

A haute température, les chaînes macromoléculaires du PET sont rapidement suffisamment mobiles pour permettre aux colorants de diffuser et les temps de latence sont plus courts. La mise en température du tissu se faisant par chaleur de contact, au début du traitement à cette température, il doit exister un gradient de température entre la face du tissu en contact avec la surface chaude et celle qui ne l'est pas. Les micro-ondes de par leur chauffage de l'eau au coeur du tissu [114] permettent de diminuer ce gradient. Ainsi dans la pratique, on constate que l'ajout de micro-onde permet d'améliorer l'unisson et de diminuer les effets de « double face ».

Un autre phénomène est observé pour les plus hautes températures. Lors de la présence de micro-ondes, on constate que le temps de latence correspondant au début de la diffusion du colorant peut être plus court que le temps de séchage : la diffusion du colorant débute avant que toute l'eau ne soit éliminée. Or les températures de sublimation des colorants sont plus élevées que 100°C. On peut imaginer qu'il y ait un début de diffusion du colorant à partir de la phase aqueuse comme dans les teintures plein bain. Cette hypothèse est peu probable car cela devrait être surtout sensible avec le plus petit colorant, le colorant bleu or c'est plutôt avec les colorants marine et rouge que ce phénomène est observé.

On peut faire l'hypothèse que le colorant se sublime avant que toute l'eau ne soit complètement éliminée du système. Cela suppose qu'il y ait des gradients de température dans les interstices entre les fibres. Or en présence de micro-ondes, l'eau sera majoritairement évaporée à l'intérieur des pores créant des bulles de gaz. Celles-ci devraient être entraînées vers l'extérieur du textile en raison de l'excès de pression à l'intérieur. Or le polyester (polyéthylène téréphtalate) est hydrophobe et l'angle de contact de l'eau est de 81° [115]. Cela veut dire que la bulle de gaz peut être facilement piégée sur la surface des fibres comme indiqué sur le schéma de la figure 145. En présence de plusieurs fibres le système peut être très stable avec une zone de contact importante entre la phase gaz et les fibres. Si l'énergie micro-ondes est suffisante, la pression et la température peuvent augmenter dans les phases gaz confinées et entraîner une sublimation du colorant avec une diffusion simultanée dans les fibres.

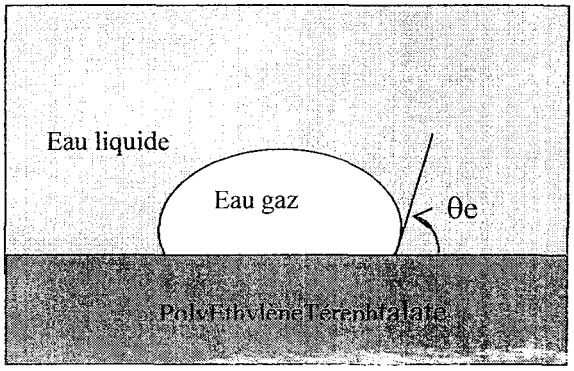


Figure 141 : Piégeage d'une bulle de vapeur d'eau à la surface du polyester

Cette hypothèse permet d'expliquer par exemple le comportement du colorant marine à partir de 170°C en présence de micro-ondes : la cinétique totale est beaucoup plus rapide grâce à la diminution du temps de latence pour la diffusion qui peut commencer à partir de 10 secondes. (Cela suppose également que localement, les fibres au contact avec le gaz ont une température de surface plus élevée pour assurer une mobilité moléculaire suffisante aux macromolécules). Par contre, la cinétique de diffusion n'est pas affectée car la température des fibres n'est pas modifiée par les micro-ondes.

b. Diffusion des colorants

Comme nous l'avons indiqué précédemment, la diffusion du colorant dans la fibre de PET se fait avec notre procédé comme pour le procédé thermosol, c'est-à-dire que c'est le colorant sublimé qui diffuse sous forme de vapeur à l'intérieur de la fibre. La vitesse diffusion du colorant dans la fibre est dépend donc de deux paramètres : le taux de liberté des macromolécules de polymère qui découle de la température des cylindres et la sublimation du colorant qui comme nous l'avons vu ci-dessus dépend à la fois de la température des cylindres et de l'ajout ou non de micro-ondes.

En effet, l'ajout de micro-ondes en compensant le refroidissement provoqué par la sublimation de celui-ci permet de faciliter la diffusion du colorant. Ceci d'expliquer l'évolution des temps de latence et l'augmentation des quantités de colorants transférés lors des essais de migration décrits au paragraphe a (figure 143). Ces effets devraient être de moins en moins visibles avec l'augmentation de la température et peu marqués pour le colorant bleu, sa Ts étant assez basse.

De plus, l'énergie d'activation de diffusion diminue fortement avec l'augmentation de la puissance micro-onde. Ceci est favorable à la diffusion des colorants dans le PET. Comme nous l'avons vu au chapitre 1, la composante entropique (caractéristique du désordre) peut être modifiée par l'ajout de

micro-ondes. On constate ici que E_d diminue, le désordre augmente, ce qui est favorable à la diffusion.

Ces effets sont visibles aux basses températures pour les trois colorants, nous pensons que comme pour la diminution du temps de latence, les micro-ondes compensent les pertes thermiques provoquées par la sublimation des colorants.

Ces effets s'estompent donc à 190°C, les cylindres fournissent suffisamment d'énergie à la fois pour chauffer le PET et sublimer les colorants.

Or, les effets des micro-ondes sur la diffusion sont très forts à 150 et 170°C pour le colorant bleu. Les coefficients de diffusion sont multipliés par 4 à 150°C et par 2,6 à 170°C. Pour les colorants rouge et marine, on observe à nouveau un effet sur la diffusion des micro-ondes à 210°C.

Nous pensons que ce phénomène est lié à la taille des molécules de colorants ou plus exactement au rapport taille des colorants / mobilité des chaînes macromoléculaires du PET. En effet, on constate apparemment deux effets distincts des micro-ondes sur la diffusion. Un effet thermique à basse température et un effet particulier lorsque les chaînes macromoléculaires sont suffisamment mobiles. Pour le cas du colorant bleu, dont la température de sublimation est basse et qui est de petite taille, les deux phénomènes se produisent à basse température.

c. Conclusion

Nous avons applique un modèle mathématique en Ln à la teinture à la continue de polyester en colorants dispersés par le procédé que nous avons mis au point. La constante de vitesse de teinture k est caractéristique de la teinture dans sa totalité. Elle est influencée à la fois par le temps de latence et par le temps de diffusion.

L'ensemble des hypothèses ci-dessus peut permettre d'expliquer l'évolution de cette constante de vitesse k sous champ micro-onde par des effets thermiques à la fois sur le solvant : l'eau (pendant le séchage) et sur le colorant (pendant la sublimation), mais également par des effets spécifiques liés à la diminution de l'énergie d'activation de diffusion.

En fonction de la température et du colorant choisi, on peut avoir l'un ou l'autre des effets ou une combinaison des deux. Le choix du colorant en fonction de sa température de sublimation et de sa capacité à interagir avec les micro-ondes est donc important et mériterait d'être approfondit.

De plus, afin de confirmer ou d'infirmer l'existence d'effets spécifiques non thermiques liés aux micro-ondes, il serait nécessaire de connaître plus précisément la température du tissu lorsque celui-ci défile dans l'enceinte micro-onde. Pour ce faire, nous envisageons à l'achat d'un pyromètre infra-rouge.

CHAPITRE IV

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

A. CONCLUSION GENERALE

Depuis leur découverte au début des années 1950, les micro-ondes ont rencontrés un développement très rapide aussi bien dans le domaine des télécommunications que dans le domaine industriel pour le séchage, la cuisson ou encore l'activation de réactions chimiques…

Cette étude avait pour objectif de montrer la faisabilité de l'utilisation des micro-ondes pour réaliser à la continue des traitements d'ennoblissement textiles et d'essayer de comprendre les effets des micro-ondes au cours des traitements.

Dans cette optique, un pilote de laboratoire permettant de traiter à la continue des tissus de 30 cm de large a été élaboré. Au cours de cette étude, le pilote a subi plusieurs modifications et de nombreuses pannes qui ont ralenti l'avancée des travaux. En effet, de part l'utilisation de micro-ondes le pilote ne devait comporter aucunes fuites. L'élaboration des pièges à ondes et surtout des sas d'entrée et de sortie du tissu ont du être réalisés sur mesure.

Le pilote que nous avons mis au point permet de faire défiler à la continue un textile plan imbibé d'un bain de traitement sous champ micro-onde. un apport de chaleur complémentaire peut être apporté par contact avec une surface chauffante. Il comporte trois cylindres chauffés de l'intérieur à l'aide de résistances électriques. Ils permettent de mettre le textile en mouvement avec une surface chauffante tout en limitant au maximum les frottements. La température des cylindres peut varier de 20 à 220°C. Les cylindres sont en acier amagnétique de façon à limiter l'action des micro-ondes sur ceux-ci. Les micro-ondes sont introduites à l'intérieur de l'enceinte à partir d'une source micro-ondes à puissance variable de 0 à 1200 Watt grâce à un guide d'onde rectangulaire. Le textile est donc foulardé à l'aide d'un foulard horizontal puis défile dans le pilote de laboratoire à une vitesse variant de quelques centimètres à un mètre par minutes.

La première partie des essais consistait avant tout à mettre au point, sur four ménager puis sur la ligne pilote, des modes opératoires pour voir si les micro-ondes présentaient un intérêt. Ainsi cette première phase de faisabilité a permis de réaliser, par micro-ondes, le débouillissage, le blanchiment et la teinture avec les colorants directs et les colorants réactifs du coton, le dégraissage, le blanchiment et la teinture avec les colorants acides et les colorants réactifs de la laine et la teinture avec les colorants dispersés du polyester.

Ils ont également permis de montrer que les micro-ondes peuvent apporter une augmentation du rendement, des traitements homogènes sur toute la surface des textiles, la suppression de nombreux produits auxiliaires et dans certains cas une augmentation des solidités aux lavages.

Dans un second temps, nous nous sommes attachés à étudier plus précisément le comportement tinctorial d'un tissu de polyester avec les colorants dispersés sur la ligne pilote de laboratoire. Des teintures à différentes vitesses et à différentes températures avec ou sans micro-ondes ont donc été réalisées et les cinétiques de teinture et de diffusion du colorant ont été étudiées.

Le but de cette étude était de comprendre les mécanismes physicochimiques mis en jeu lors de la teinture avec les micro-ondes d'une fibre hydrophobe telle que le polyester.

Les vitesses de teinture sont augmentées par l'ajout des micro-ondes et nous avons émis plusieurs hypothèses permettant d'expliquer pourquoi.

Nous avons vu précédemment que pour le cas du polyester les micro-ondes agissent :

- sur la durée du séchage
- sur le temps de latence nécessaire pour que la diffusion commence ; Quand la diffusion commence alors que le tissu n'est pas encore sec en permettant l'élévation de la température et de la pression dans les pores chargés de vapeur d'eau et donc la sublimation et la diffusion du colorant. Quand elle commence alors que le séchage du tissu est complet en compensant rapidement le refroidissement du système provoqué par l'évaporation du solvant (eau) et la sublimation du colorant.
- sur la diffusion, grâce d'une part au phénomène de compensation décrit ci-dessus et d'autre part par la diminution de l'énergie d'activation de diffusion.

En ce qui concerne la teinture, à la différence du polyester, qui est une fibre hydrophobe, la laine et le coton sont des fibres hydrophiles. Contrairement au cas de la teinture à la continue du polyester avec les colorants dispersés pour lequel la diffusion du colorant ne peut se faire qu'une fois l'eau liquide éliminée (nécessité d'être au dessus de 100°C), les fibres de coton et de laine sont gonflées par l'eau et c'est ce gonflement qui permet la diffusion du colorant. Dans ce cas, le séchage ne doit pas être trop rapide. De même, nous avons pu constater que contrairement à la teinture du polyester, pour teindre les fibres naturelles dans de nombreux cas, l'apport d'énergie thermique complémentaire n'est pas indispensable. Ceci est particulièrement vrai pour la teinture de la laine, il est nécessaire d'avoir un taux d'emport élevé et une bonne imprégnation du tissu pour obtenir une bonne qualité de teinture.

Pour essayer d'extrapoler les résultats obtenus pour la teinture du polyester, il faut différencier la teinture, pour laquelle la diffusion du colorant dans les fibres est un phénomène essentiel et les traitements de préparation (nettoyage et blanchiment) pour lesquelles ce sont les interactions entre les produits chimiques présents dans le bain et les fibres qui sont essentiels.

De plus, pour la laine comme pour le coton, ce sont les traitements de dégraissage et de dépouillement qui permettent d'améliorer considérablement leur hydrophilie. Pour ces traitements, l'ajout d'un mouillant ou d'un détergent est indispensable pour permettre une bonne pénétration du bain dans le textile et ainsi une bonne uniformité des traitements.

Vitesse et homogénéité du chauffage micro-onde :

Comme nous l'avons vu dans le cas du polyester, nous pensons que les micro-ondes, de part leur action directe sur l'eau, permettent une montée en température plus rapide et plus uniforme (chauffage à cœur) du système bain de traitement / textile.

Compensation du refroidissement :

Comme pour le polyester, les micro-ondes permettent de compenser plus rapidement le refroidissement du système provoqué par l'évaporation de l'eau qui est endothermique. Cette fois, la diffusion des colorants n'est pas subordonnée à un changement d'état de ceux-ci, la diffusion se fait dans la phase aqueuse, avant que le textile ne soit sec.

Action sur la chimie des traitements :

Comme nous l'avons vu au chapitre I, les micro-ondes permettent d'accélérer de façon importante certaines réactions chimiques. Or, pour le cas du blanchiment oxydant par exemple, l'utilisation des micro-ondes permet d'améliorer le blanchiment de la laine alors que sur le coton les résultats obtenus reste médiocres. Nous avons pu constater en étudiant la décomposition de l'eau oxygénée sous champ micro-ondes que celle-ci se décompose très rapidement au détriment de la réaction de blanchiment. De plus, nous avons également constaté que de prolonger le traitement provoque une dégradation importante des fibres sans pour autant améliorer le blanchiment. Même si les micro-ondes semblent apporter des avantages intéressants [52], [56], [72], l'ajustement des paramètres de traitement reste primordiale.

Action sur la teinture :

Comme nous l'avons précédemment, les micro-ondes permettent de teindre rapidement et d'obtenir des teintures de bonne qualité en terme de rendement, d'unisson, de solidités aux lavages et donc de fixation des colorants.

Nous pouvons penser que comme nous l'avons vu au chapitre I, que l'action des micro-ondes sur le textile humide provoque la formation de vapeur dans les pores. Nous pouvons donc imaginer que dans le cas de la teinture avec les fibres naturelles, ce phénomène provoque un vaporisage local au sein de ces pores, permettant la diffusion et la fixation des colorants.

Pour la teinture, il faut différencier deux phénomènes distincts :

- la diffusion du colorant dans la fibre, qui dépend de la mobilité des chaînes macromoléculaires. Elle peut être influencée soit par la température pour les fibres thermoplastiques hydrophobes telles que le polyester, soit par la présence d'eau qui provoque le gonflement des fibres hydrophiles tels que la laine ou le coton. Dans les deux cas, nous avons constaté que les micro-ondes permettent d'avoir une bonne diffusion du colorant dans toute la fibre. Des observations au microscope de coupes de fibres de coton de laine et de polyester ont montrés qu'elles étaient toutes teintes à cœur.

- la fixation du colorant sur la fibre par une réaction chimique. Ce n'est pas le cas de tous les colorants. Mais nous avons constaté en particulier pour la teinture du coton avec les colorants réactifs que les micro-ondes permettaient d'obtenir des rendements et des solidités aux lavages supérieurs aux procédés classiques. Il semble donc que les micro-ondes permettent d'améliorer la fixation du colorant.

L'extrapolation de hypothèses émises pour le polyester aux autres traitements que nous avons étudiés et aux autres fibres s'est avérée délicate car les mécanismes mis en jeu sont très différents. L'action des micro-ondes sur l'ennoblissement des fibres hydrophiles telles que la laine ou le coton nécessite donc d'être étudiée d'avantage.

B. PERSPECTIVES

Comme nous l'avons dit en introduction de cette étude, c'est la société AMP qui est à l'origine de celle-ci. Le but à terme de ce projet est de construire un pilote industriel permettant de valider les essais réalisés en laboratoire à une plus grande échelle. La construction de ce pilote nous permettra également d'étudier et de quantifier les aspects environnementaux de notre procédé. En effet, ce pilote industriel nous permettra d'avoir une idée précise de la consommation énergétique de notre procédé, de confirmer la possibilité de supprimer de nombreux produits auxiliaires textiles mais également, d'étudier la possibilité de recycler les bains de rinçages qui seront peu chargés du fait de l'absence de PAT et des bons rendements.

Dans un premier temps, nous allons poursuivre les essais sur le pilote de laboratoire afin de continuer à comprendre les actions des micro-ondes sur les traitements d'ennoblissement textile en nous intéressant d'une part aux matières plus hydrophiles telles que la laine et le coton, mais aussi aux mélanges de colorants et plus particulièrement à la reproductibilité des teintures avec les mélanges de colorant. En effet, l'action des micro-ondes sur des fibres hydrophiles et des colorants solubles ne seront certainement pas le même que celle que nous avons constatée sur le polyester. Ainsi pour la teinture des fibres hydrophiles, il pourrait être intéressant d'étudier la possibilité d'ajouter aux bains de teinture des agents hygroscopiques permettant de ralentir l'évaporation de l'eau et de prolonger ainsi le temps de diffusion.

En ce qui concerne la préparation des textiles, comme nous l'avons vu pour le cas du blanchiment du coton, de nombreux paramètres sont susceptibles d'influencer la qualité des traitements. Il est donc nécessaire de faire varier d'avantage de paramètres afin de mieux comprendre leurs influences sur les réactions chimiques mises en jeu au cours des traitements.

Finalement, comme nous l'avons vu pour la teinture du polyester, l'augmentation de la puissance micro-onde n'entraîne pas forcement une augmentation de la diffusion ou du rendement. Il serait donc nécessaire de faire varier plus finement la puissance micro-onde émise dans l'enceinte. Ceci nous permettra de définir des conditions opératoires en terme de températures et de puissances micro-ondes optimales permettant d'avoir les meilleurs traitements.

D'autre part, nous essaierons d'aborder la possibilité d'utiliser notre procédé pour réaliser les traitements d'apprêts. En effet, les micro-ondes permettent de réaliser par exemple des traitements de plis permanents sur le coton [59]. Ils pourraient donc également être utilisables pour d'autres traitements.

Dans un second temps, nous allons poursuivre notre recherche de partenaires industriels et de possibilités de financement afin de construire le pilote industriel et, par la suite de commercialiser, notre procédé.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] : DONALD W. LYONS, JOHN D. HATCHER, Drying of a porous medium with internal heat generation , International Journal of Heat and Mass Transfert, Vol. 15, pp. 837-905, Peragamon Press, 1972

[2] : G. A. SMITH, Radiofrequency Applications in Textile, Journal of Bradford textile Society, Vol. 20, Issue 23, 1977

[3] : DRAGO KATVIC, SANDRA BISCHOF VUKUSIC, JURAJ BARTOLIC, SILVIO HRABAR, Microwave device for thermal treatment of cellulose materials, Annual of the Croatian academy of engineering, 2005, pp. 151-155

[4] : BARBARA M. REAGAN, ANN M. ROLOW, JAMES E. URBAN, Microwave sanitization of polyester and cotton, Textile Research Journal, Vol. 52, Issue 186, 1982

[5] : Brevet EP 0 031 862 A1, Improved method and apparatus for aftertreatment of textile material by application of microwaves, Inventor: Bunshiro Kawaguchi, applicant: The Ichikin, Ltd, décembre 1979

[6] : Brevet US 4,274,209, Apparatus for improved aftertreatment of textile material by application of microwaves, Inventor: Bunshiro Kawaguchi, Assignee: The Ichikin, Ltd, juin 1981

[7] : MARIA C. THIRY, The magic of microwaves "*a brilliant solution to a long-time problem...*", Textile chemist and colorist & American dyestuff reporter, vol. 32, Issue 10, octobre 2002

[8] : T. KRECH, C. MÖSER, J. CIHLAR JR., P. SCHLZ, B. ONDRUSCHKA, J. CIHLAR Catalytical and heating behaviour of nanoscaled perovskite under microwave radiation, Mupi 2008, 20 – 21 Mars 2008.

[9] : TRUONG THI KIM THU, BRUCE PEGOT, GIANG VO-THANH, Solvent-free microwave-assisted preparation of bifunctional chiral ionic liquids from (-)-N-methylepedrine. Applications for asymmetric synthesis, Mupi 2008, 20 – 21 Mars 2008.

[10] : PAUL HEROIN, DENIS DESCAMPS, ROBERT DJIAN, MICHEL JOLION, SERGE LEFEUVRE, PHILIPPE ROQUEPLO, JEAN-PIERRE POITEVIN, les micro-ondes dans l'industrie Pourquoi pas?, imprimerie nationale

[11] : JUDY N. HART, DAVID MENZIES, YI-BING CHENG, GEORGE P. SIMON, LEONE SPICCIA, A comparison of microwave and conventional heat treatments of nanocrystalline TiO2, Solar energy materials & solar cells, Vol. 91, 2007

[12] : R. LAURENT, La technologie micro-onde en chimie. Sa spécificité, ses applications et ses innovations: la réaction chimique par confinement, Thèse, Université Paul Sabatier de Toulouse, Décembre 1994

[13] : G. ROUSSY, J. A. PEARCE, Foundations and industrial applications of microwaves and radio frequency fields, Physical and Chemical Processes, 1995

[14] : J. CARLTON GALLAWA, The complete microwave oven service handbook, 1989

[15] : GEAN VICTOR SALMORIA, Application des micro-ondes à la chimie fine et aux transformations des matériaux céramiques, polymères et bois, thèse, Institut national polytechnique, Toulouse, décembre 2000.

[16] : JACQUES THUERY, Les micro-ondes et leurs effets sur la matière, applications industrielles, agroalimentaires et médicales, Ed. Technique et Documentation, 1983

[17] : MATHIEU HEISTERCAMP, RENAUD MAES, LAURENCE MEHAUDENS, SEVERINE ROBERT, Printemps des sciences 2002 : l'énergie sous toutes ses formes, Les micro-ondes, Bruxelles, 2002

[18] : www.m-e-s.net/version_fr/cc_marche/cc_marche_1.htm

[19] : GEORGES ROUSSY, JEAN-FRANÇOIS ROCHAS, CLAUDE OBERLIN, Chauffage diélectrique, Technologies, les dossier de Technique de l'ingénieur,

[20] : A. VANDER VOSRST, D. VANHOENACHER, Bases de l'ingénieurerie micro-onde, Janver, 1996

[21] : P. R. KARMEL, G. D. COLEF, R. L. CAMISA, Introduction to electromagnetic and microwaves ingineering, 1998

[22] : BRITTANY L. HAYES, Microwave Synthesis, Chemistry at the speed of ligth, CEM Publishing, Matthews, 2002

[23] : Les application innovante dans l'industrie, documentation Novélect, http://www.trs-

online.com/trs-online/techniqu/tra/ap3.htm

[24] : REGIS LAURENT, la technologie micro-onde en chimie. Sa spécificité, ses applications et ses innovations : la réaction chimique par confinement, thèse, Université Paul-Sabatier, Toulouse, 1994

[25] : PERREUX LAURENCE, La réactivité sous micro-ondes : relation avec les effets de milieu et les mécanisme réactionnels, thèse, Université de Paris-sud, U.F.R. scientifique d'Orsay, Paris, 2001

[26] : Article, La chimie propre, Banque des savoirs de l'essone

[27] : D. M. P. MINGOS, D. R. BAGHURTS, Microwaves Echanced Chemistry, édition H. M. Kingston et S. J. Haswell, American Chemisty Society, Washington, 1997

[28] : FARID CHEMAT, ERIK ESVELD, Micorwaves super-heating boiling of organic liquids: origine, effect and application, Chemical engineering & technology, vol. 24, issue 7, 2001

[29] : D. R. BAGHURST, D. M. P. MINGOS, A new reaction vessel for accelerated syntheses using microwave dielectric super-heating effects, Journal of the chemical society, issue 7, 1992

[30] : G. BONG, . R. MOYES, D. S. POLLINGTON, D. A. WHAN, Measurement of temperature during microwave heating, Measurement and science technology, Vol. 2, issue 6, 1991

[31] : J. G. P. BINNER, N. A. HASSINE, E. T. CROSS, The possible role of the pre-exponential factor in explaining the increased reaction rates observed during the microwave synthesis of titanium carbide, Journal of materials science, vol. 30, issue 21, 1995

[32] : D. A. LEWIS, J. D. SUMMERS, C. T. WARD, J. E. MCGRATH, Accelerated imidization reactions using microwave, Journal of polymer science, vol. 30, issue 8, 1992

[33] : MILAN HAJEK, T. MARILENA RADOIU, Microwave activation of catalytic transformation of t-butylphenols, Journal of molecular catalysis, vol. 160, issue 2, 2000

[34] : D. D. DINCOV, K. A. PARROTT, K. A. PERICLEOUS, Heat and mass transfer in two-phase porous material under intensive microwave heating, Journl of food engineering, Vol. 65, 2004

[35] : WEI MIN CHENG, Microwave power control strategies on the drying process, Master of Science, McGill university, Montreal, 2004

[36] : C. PERE, E. RODIER, Microwave vacuum drying of porous media : experimental study and qualitative consideration of internal transfers, Chemical Engineerieng and processing, Vol. 41, 2002

[37] : I. TURNER, P. JOLLY, Combined microwave and convective drying of porous media, Drying technology, Vol 9, issue 5, 1991

[38] : I. W. TURNER, J. R. PUIGGALI, W. JOMAA, A numerical investigation of combined microwave and convective drying of a hygroscopique porous material : a study based on pine wood, Trans IChemE, Vol. 76, part A, 1998

[39] : A. K. HAGHI, H. GHANADZADEH, Experimental study on combined infrared and microwave drying of porous media with particular application in wood industry, Int. J. of applied mechanics and engineering, Vol. 11, issue 4, 2006

[40] : P. SALAGNAC, P. GLOUANNEC, D. LECHARPENTIER, Numerical modelling of heat and mass transfer in porous medium during combined hot hair, infrared, and microwave dying, Int. J. of heat and mass transfer, Vol. 47, 2004

[41] : DONALD W. LYONS, JOHN D. HATCHER, J. EDWARD SUNDERLAND, Drying of a porous medium with internal heat generation, Int. J. of heat and mass transfer, Vol. 15, 1972

[42] : Brevet DE 1904166, Treating materials with microwaves, Inventors and assignee: W. N. HARDWOOD, S. H. WILLIAM, 1969

[43] : A. K. HAGHI, Application of microwaves technique in textile chemistry – A review, University of Guilan, Iran

[44] : A. K. HAGHI, Microwaves heat treatment of textiles and a review on mathematical model of drying, University of Guilan, Iran

[45] : DONALD W. LYONS, JARVIS A. SEABOLT, JOHN GRAHAM; The Dielectric Properties of Various Cotton Varieties, Textile Research Journal; Vo. 43; Issue 110, 1973

[46] : JEAN PIERRE DERUAZ, Utilisation des champs électromagnétiques dans les traitement d'ennoblissement textile, thèse, Université de Nancy I, Nancy, 1989

[47] : GARY MOCK, WALLACE W. CARR, WARREN PERKINS, Electrotechnology applications in textile manufacturing, National center research briefs, 1994

[48] : A. K. HAGHI, Experimental investigation on microwave drying, University of Guilan, Iran

[49] : P.L. JONES, Principle of radio frequency heating, Journal of the society of dyers and colourists, Vol. 98, 1982

[50] : JOHN D. HATHER, KENNETH B. HIGGING? DONALD W. LYONS, Analytical solution to the drying of textile materials with microwaves heating, Textile research journal, Vol. 45, 1975

[51] : MARIA C. THIRY, STAFF WRITTER, More than miracle – Environmentally friendly wet process tools, AATCC Review, 2002

[52] : I. TARAKCIOGLU, P. ANIS, Microwaves process for combined desizing, scouring, and bleaching of grey cotton fabrics, Journal of the textile institute, Vol 87, issue 3, 1996

[53] : Microwaves put finishing tousches to textiles, site internet du progamme Growth : http://ec.europa.eu/research/growth/gcc/projects/profiles/cr130291-bre21407.html

[54] : LAITOS S. A., HRS, GOETERS, SAIREM, ORINTEX, THIVEL, INSTITUT TEXTILE DE France, EDF, Projet CRAFT CR – 1302, Rapport de synthèse, 1994

[55] : Brevet WO 96/10111, Jig-type textile apparatus and method using electromagnetic waves, Inventors: B. MEYER, M. COLBAT, P. GAYRINE, J. MARDUEL, I. DEVOS, F. LANA, Assignee: ITF, EDF

[56] : STEPHEN M. BURKINSHAW, WILLIAM J MARSHALL, Continuous dyeing of piece goods using radio-frequency Part 1, Journal of the society of dyers and colourists, Vol. 102, 1986

[57] : STEPHEN M. BURKINSHAW, WILLIAM J MARSHALL, Continuous dyeing of piece goods using radio-frequency Part 2, Journal of the society of dyers and colourists, Vol. 102, 1986

[58] : K. HAGGAG, Fixation or pad-dyeing on cotton using micro-wave heating, American dyestuff reporter, 1990

[59] : SANDRA BISCHOF VUKUSIC, DRAGO KATOVIC, CHRISTIAN SCHRAMM, Influence of Microwaves on Nonformaldehyde DP Finished Dyed Cotton Fabrics, Textile Research Journal, Vol. 73, 2003

[60] : D. G. EVANS, J. K. SKELLY, Application of microwave heating in dye fixation, Journal of

the society of dyers and colourists, Vol. 88, n° 2, 1972

[61] :GASTON DUPONT, Fixation des colorants métalliques 2/1 sur la laine par radio-fréquence, L'industrie textile, n° 1186, 1988

[62] : Y. TRABELSI, P. BROUARD, Teinture micro-ondes, Mémoire de fin d'étude ENSAIT, Roubaix, 1986

[63] : P. DAMBRICOURT, Y. DIETRICH, Teinture du polyester dans le mélange Coton/Polyester par rayonnement micro-ondes, Mémoire de fin d'étude ENSAIT, Roubaix, 1986

[64] : Brevet GB 2 077 775 A, Colouration process, Inventors : A. T. LEAVER, J. F. LEWIS, Assignee : Imperial chemical ldt

[65] : ITARU ABE, MASAYOSHI KUBO, Dyeing and finishing machinery, Journal of the textile machinery society of japan, Vol. 29, n° 1, 1983

[66] : Brevet US 6 129 767, Low temperature, low bath ratio, tensionless and short-term dyeing method and device using microwaves, Inventor: SEOK MIN HONG, Assignee: Dongbo Textile, 1998

[67] : K. HAGGAG, H. L. HANNA, B. M. YOUSSEF, N. S. EL-SHIMY, Dyeing with microwave heating using disperse dyestuffs, American Dyestuff Reporter, 1995

[68] : WEILIN XU, CHAOLI YANG, Hydrolysis and dyeing of polyester fabric using microwave irradiation, Colouration Technology, Vol. 118, 2002

[69] : SAM SOO KIM, SU GYUNG LEEM, HAN DO GHIM, JOON HO KIM, WON SEOK LYOO, Microwave Heat Dyeing of Polyester Fabric, Fibers and Polymers, Vol.4, No.4, 2003

[70] : ROY S. BERNS, HOWARD L. NEEDLES, Microwave versus conductive heating – their effect on the solvent-assisted dyeing of polyester fibre with anthraquinoid disperse dyes

[71] : DRAGO KATOVIC, SANDRA BISCHOF VUKUSIC, Application of electromagnetic waves in durable press finishing with polycarboxylic acid, AATCC review, 2002

[72] : Brevet 2616164, Procédé de teinture d'apprêt ou de blanchiment de matières textiles, par foulardage, avec traitement à la continue par micro-ondes, Inventeur : PAUL DANEL, Demandeur : Ciba Geigy

[73] : Polyester : 50 years of achivement, The textile institut, 1993

[74] : Chemistry of the textile industrie, Edited by C. M. Carr, Blackie Academic & professional, 1995

[75] : J. GORDON COOK, Handbook of textile fibres, II. Man-made fibres, Merrow Technical Library, 1993

[76] : The theory of coloration of textile, Second edition. Edited by Alan Johnson, The society of dyers and colorists, 1989

[77] : STEVEN B. WARNER, Fiber Science, Prentice Hall Inc., 1995

[78] : HANS J. KOSLOWSKI, Dictionary of Man-Made fibres, Internatioal Business Press Publisher, 1998

[79] : Polymers : Fibers and textiles, A Compendium, Encyclopedia reprint series, Edité par Jaqueline I. Kroscwitz, Wiley-Interscience publication,1990

[80] : Synhetic fibres: nylon, polyester, arylic, polyolefin, Edited by J. E. Mclntyre, The textile institute, Woodhead publishing in textiles, 2005

[81] : Manuel de teinture et finissage de la fibre de polyester, BASF, imprimé en ex-RFA

[82] : R. ZHAO, Plasma treatment effects on dyeing properties and surface characteristics of PET spunbond fiber, L.C. Wadsworth & al., Peerreviewed, www.aatcc.org, Février 2003

[83] : FREDERIC LEROUX, Etude des traitement par plasma à pression atmosphérique – Application à l'industrie textile, thèse, Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, Valenciennes, 2007

[84] : J. CEGARRA, P. PUENTE, J. VALLDEPERAS, The dying of textile materials, 1992.

[85] : TYRONE L. VIGO, Textile processing and properties, Elsevier scientific publishing company, Amsterdam, 1994

[86] : G. DUPONT, La teinture, Les édition de l'industrie textile, Paris, 2002.

[87] :T.L. Vigo, « Textile processing and properties », Elsevier, 1994

[88] : Annuaire ACIT 1999 : guide des produits chimiques textiles

[89] : J. Rivlin, « The dyeing of textile fibers : theory and practice », 1995

[90] :J. Shore, « Colorants and auxiliaries », vol1 « colorants »T. Baldwinson, Society of dyers and colorist, 1990

[91] : J. Shore, « Colorants and auxiliaries », vol2 « aixiliaries »T. Baldwinson, Society of dyers and colorist, 1990

[92] : Cegarra, « The dyeing of textile materials : the scientific bases and the techniques »

[93] : SDC ressource file 1999, « 2000 : a complete no-fuss guide containing essential, up to the minute information on dyestuffs, equipement and sevices »

[94]: S. M. BURKINSHAW, Chemical Principles of Synthetic Fibre Dyeing, Springer, 1995

[95] : The dying of synthetic polymer and acetate fibres, edited by DM Nunn, 1979 p 132 – 134.

[96]: K. V. DAYTE, A. A. VAIDYA, Chemical processing of synthetic fibers and blends, Wiley interactive publication, New York, 1984.

[97] : Teinture et finissage des fibres de polyester (manuel), BASF, Allemagne

[98] : H. ZOLLINGER, Color chemistry, VHC, 1991

[99] : F.J. CARRION FITÉ, Dyeing Polyester at Low Temperatures: Kinetics of Dyeing with Disperse Dyes, Textile Research Journal, vol. 65, p 362-368, 1995

[100] : J.N. ETTERS, Sorption of Disperse Dye by Polyester Fibers: Boundary Layer Transitional Kinetics, Textile Research Journal, vol. 64 p 406-413, 1994

[101] : S. DHOUIB, A. LALLAM, F. SAKLI, Study of Dyeing Behavior of Polyester Fibers with Disperse Dyes Textile Research Journal, vol. 76, p 271-280, 2006

[102] : NAKAMURA, T., OHWAKI, S., SHIBUSAWA, T., Dyeing properties of polyester microfibers, Textile. Resaerch Journal. vol. 65(2), p 113–118, 1995

[103] : K. H. PARK, Contribution à la modélisation, à l'identification et à la simulation d'un

procédé de teinture des microfibres de polyester, Thése, USTL, Lille, 2004

[104] :http://www.unilim.fr/theses/2002/sciences/2002limo0026/these_front.html

[105] : Espace des sciences-1903-2003 Centenaire du prix Nobel de Pierre et Marie Curie

[106] : http://www.tribunes.com/tribune/art97/jos2f.htm

[107] : Documentation technique Whirlpool.

[108] : brevet n° 0 240 235 A2, date de publication : 07/10/1987, déposant : Kidde consumer durables corp.

brevet n° 0 478 082 A1, date de publication : 01/04/92, déposant : Whirlpool International B.V.

[109] : R. CONVERT, L. SCHACHER ET P. VIALLIER, An application of the Kubelka-Munck relationship to calculate the color fastness of a fabric, Textile Research Journal, Vol. 69, issue 5, 1999

[110] : Reducing Pollution in Wet Processing of Cotton/Polyester Fabrics, Gailutė Kazakevičiūtė, Vitalija Valienė, Aušra Abraitienė, Environmental research, engineering and management, 2004.No.2(28), P.40-47

[111] : Performance Chemicals, Adding value to textiles, document technique BASF, www.basf.com/textile

[112] : J. SHORE, Cellulosics dyeing, Society of dyers and colorist, 1995

[113] : AFNOR, Code de solidité des teintures et impressions

[114] : M. J. KALE, N. V. BHAT, A. V. GORE, Microwave radiations for processing of polyester fibres, BTRA SCAN, Decembre 2007, Bombay

[115] : L. ZHU, A. PERWUELZ, M. LEWANDOWSKI, C. CAMPAGNE, Wetting Behavior of Thermal Bonded Polyester Nonwoven Fabrics: Importance of Porosity, Journal of Applied Polymer Science, Volume 102, Issue 1, 5 October 2006, Pages: 387-394

ANNEXES

ANNEXES 1:

STABILITE DU POLYESTER VIS A VIS DE DIFFERENTS SOLVANTS ET PRODUITS CHIMIQUES

Solvant	*Température ambiante*	*Ebullition*
Hydrocarbures aliphatiques, essence	stable	stable
Benzène, toluène, xylène	stable	stable
Chlorure de méthylène	stable	
Chloroforme	stable	stable
Tétrachlorure de carbone	stable	
Perchloréthylène, tricholéthylène	stable	stable
Chlorobenzène	stable	
o-dichlorobenzène	stable	soluble
Phénol (à 80 %)	stable	soluble
o-chlorophénol		soluble
m-crésol	stable	soluble
Nitrobenzène	stable	soluble
Méthanol, éthanol	stable	stable
Glycol	stable	soluble au bout d'un certain temps
Alcool benzylique	stable	soluble
Acétone	stable	
Cyclohéxane	stable	stable
Dioxane	stable	stable
Acétate d'éthyle	stable	stable
Acide formique	stable	stable
Acide acétique glacial	stable	stable
Diméthylformamide	stable	

Solvant	***Température ambiante***	***Ebullition***
Hydrate d'éthylènediamide	stable	
n-méthylpyrolidone	stable	soluble
Pyridine	stable	
Sulfure de carbone simple	stable	
Acide sulfurique dilué	stable	
Acide sulfurique concentré	soluble	
Acide chloridrique concentré	stable	décomposition lente
Acide nitrique concentré	décomposition lente	décomposition
Acide phosphorique concentré	stable	décomposition lente
Alcali dilué	stable	décomposition superficielle
Carbonate de sodium à 10%	stable	stable
Hypochlorite de sodium, en solution	stable	stable
Chlorite de sodium, solution	stable	stable
Eau oxygénée concentrée	stable	stable
Bichromate de potassium, en solution		stable
« Hydrosulfite », dithionite de sodium, en solution	stable	stable

ANNEXE 2 :

FICHE TECHNIQUE DE L'ECCOSORB

EMERSON & CUMING MICROWAVE PRODUCTS

NUMBER EB-300

TECHNICAL BULLETIN

ECCOSORB* SF and SF-U

THIN, FLEXIBLE, RESONANT ABSORBER

Description

ECCOSORB SF and ECCOSORB SF-U are series of thin, flexible, flat-sheet, resonant absorbers which reflect -20 dB or less of normally incident microwave energy at design frequencies in the range of 1 to 40 GHz.

It concerns magnetically loaded silicone (SF) or polyurethane (SF-U) rubber sheets which are designed to be bonded to flat or curved metallic surfaces to reduce the reflectivity in a narrow band of frequencies.

As a silicone or polyurethane, the material is impervious to water and may be used outdoors. However, in corrosive environments its dielectrically loaded counterparts ECCOSORB DSF and DSF-U (Technical Bulletin EB-080) are recommended.

Availability

ECCOSORB SF and SF-U are available in square sheets of 305 mm x 305 mm (12 in x 12 in) with varying thicknesses according to the desired resonant frequency. Grades are designated by a suffix corresponding to the resonant frequency. For example, ECCOSORB SF-10.0 will be resonant at 10 GHz.

The following standard frequency grades are available : 1.0 - 1.5 - 2.0 - 2.5 - 3.0 - 3.5 - 4.0 - 4.5 - 5.0 - 5.5 - 6.0 - 6.5 - 7.0 - 7.5 - 8.0 - 8.5 - 9.0 - 9.5 - 10.0 - 10.5 - 11.0 - 12.0 - 13.0 - 14.0 - 15.0 - 16.0 - 18.0 - 20.0 - 22.0 - 24.0 - 38.0.

On special order the material can also be supplied in other shapes, sizes or frequencies. ECCOSORB SF-U can also be supplied with a self-adhesive backing.

Applications

Applications include :

- lining radar nacelles, particularly where high power is present
- attaching to masts of ships, walls, etc. to reduce reflections and echoes to nearby antennas
- attaching to vehicles to reduce overall radar signature
- lining magnetron housings to prevent detuning
- lining metallic surfaces to attenuate surface currents

ANNEXES 3 :

CARACTERISTIQUES TECHNIQUE DE LA SOURCE MICRO-ONDE

Caractéristiques Electriques

- Tension d'alimentation :	400 V AC, Triphasé + N + T
- Fréquence :	50 Hz
- Courant :	15 A
- Puissance consommée :	6 kW

Caractéristique micro-ondes

- Puissance max :	2000 W
- Puissance min :	0 W
- Consigne externe :	0 / 10 V DC – commun à la terre
- Consigne interne :	A régler par potentiomètre en façade
- Indicateur de puissance émise :	en Watt
- Précision :	+ / - 20 W

Caractéristiques géométriques

- Largeur :	550 mm
- Hauteur :	860 mm
- Profondeur :	840 mm
- Poids :	100 kg

ANNEXES 4 :

DONNEES TECHNIQUES CONCERNANT LE BLEU DIANIX ER

I. DONNEES DU COLOR INDEX

Colour Index International
Fingerprints

Part 2: Dyes (And Related Products)

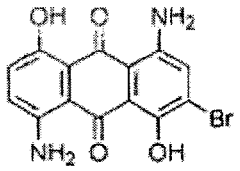
Search | Your account | Help | Logout

Wednesday, June 04, 2008

C.I. Generic Name: C.I. Disperse Blue 56

Find similar | Previous | Next

C.I. Constitution Number	**C.I. 63285**
Chemical class	Anthraquinone
Shade	Blue
Discoverer	
First product	
CAS Number	31810-89-6 + 12217-79-7
EC Number	
Classical name	
Important Note	Colorant classification is undertaken based on information supplied by registrants and the knowledge available at the time a new C.I. Generic Name or C.I. Constitution Number is created. Not all the information included in the previous editions of the Colour Index has been transferred to the current online edition. However, all previous editions of the Colour Index are available in Portable Document Format (PDF) published on DVD. Click here



Commercial Products

Commercial name	Manufacturer	Physical form	Uses and comments
ABCOL Blue FBL	Abbey Color Inc.		
Adis Blue FBL	Aashiana Dyestuffs Inc		
Aksperse Blue FBL	Aakash Chemicals & Dyestuffs Inc.		

Albilon Blue R	Allied Industrial Corp Ltd		
Amarlene Blue 2R	Amar Dye Chem Ltd		
Ambicion Blue EBL	Thai Ambica Chemicals Co Ltd		
Apollon Blue E-FBL	Taiheung Corp		
Begnelon Blue UBL	PT Colorindo Aneka Chemicals		
Blue 2BLN	Zhechem Colours Co Ltd		
Blue 2BLN	Hangzhou Dikai Chemical Co Ltd	Presscake	100, 150 & 330%.
Blue 2BLN 320%	Hangzhou Garden (Enterprises) Group	Presscake	Also 150 and 100%.
Blue 2RX	JK Promotions		
Blue 2RX	Nova Dyestuff Industries Pvt Ltd		
Blue D-2BLN	Sinochem Jiangsu Wuxi Imp & Exp Corp		
Blue R	Shanxi Sino-Wide Dyeing Chemicals Co Ltd		

Confirmed products Unconfirmed products

Fastness and/or Fingerprint Properties data

Home | Help | Reset | Contact the Society | Tech Support | Make the Colour Index your home page
© Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists 2002

II. DONNEES FOURNIES PAR LE FABRICANT

Creation date: 19.12.2005 12:09

DyStar

Dianix Blue E-R 150%

SD 1/1 1 %

Suitability

Depth of shade	HT		Carrier	Printing		Discharge printing			
						Ground		Illumination	
	Yarn	Piece		HTS	PS	alk.	SnCL2	alk.	SnCL2
pale	-	++	++	+	++	-	-	-	+
medium	-	++	++	+	++	-	-	-	+
dark	-	+	++	+	++	-	-	-	+

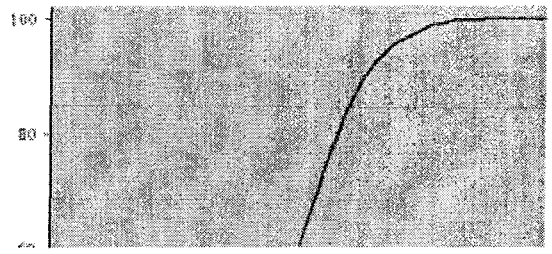
Depth of shade	HT (PES/CO)		Continuous	PES/WO		CA	CTA	PA
	Yarn	Piece	(PES/CO)	Yarn	Piece			
pale	-	+	-	Suitable 106 - 120°C	Suitable 106 - 120°C	+	++	++
medium	-	+	-			+	++	++
dark	-	-	-			+	-	+
Temperature			-					

Dye Characteristics

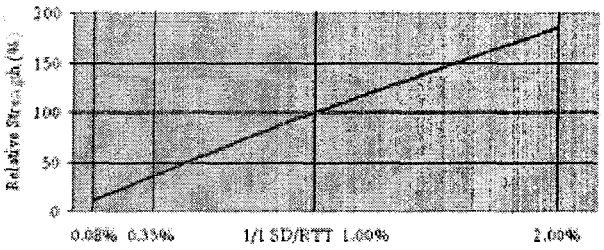
Level uptake	1
Barré coverage	excellent
Metal sensitivity Cu/Fe	2 / 5
pH stability	3.0 - 9.0

Artificial Light	
Tungsten	TL 84
greener, duller	redder

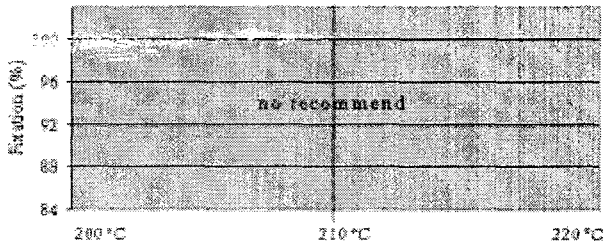
Rate of Dyeing Curve



Build-up



Temperature Dependency (Thermofixation)



All fastnesses of the product were tested only as single products and not in combinations.

Creation date: 19.12.2005 12:09

DyStar

Dianix Blue E-R 150%

Fastnesses Properties on Polyester

1/1 SD, reduction cleared postset 180°C/30 seconds		1/12 SD	1/3 SD	1/1 SD	2/1 SD
Light fastness (Xenon arc) ISO 105-B02		6-7	6-7	7	7
Light fastness (Carbon arc)AATCC 16A-1993		6-7	6-7	7	7
Sublimation Fastness	30s 180°C ISO 105-P01	4	3	3	2

1/1 SD, reduction cleared postset 180°C/30 seconds		F	CA	CO	PA	PES	PAN	WO
Water fastness, severe ISO 105-E01		5	5	5	5	5	5	5
Home laundry / washing 50 °C ISO 105-C06-B2S		5	4-5	5	3	5	5	5
Home laundry / washing 60 °C ISO 105-C06-C2S		-	-	-	-	-	-	-
Washing 50 °C / 120 °F AATCC TM 61 - 2A		5	4	5	2-3	4-5	5	4-5
Perspiration ISO 105-E04	alkaline	5	5	5	4-5	5	5	5
	acid	5	5	5	4-5	5	5	5
RubbingISO 105-X12	dry			4-5				
	wet			4-5				

Fastness Properties on Polyester/Cotton

PES/CO 50/50 1/1 SD postset 180 °C/30 seconds		F	CA	CO	PA	PES	PAN	WO
Water fastness, severe ISO 105-E01	washed (80°C)		5	5	4-5	5	5	5
	Reduction cleared		5	5	4-5	5	5	5
Home laundry / washing 50 °C ISO 105-C06-B2S	washed (80°C)		4-5	4-5	2-3	5	5	5
	Reduction cleared		4-5	4-5	2-3	5	5	5
Home laundry / washing 60 °C ISO 105-C06-C2S	washed (80°C)		-	-	-	-	-	-
	Reduction cleared		-	-	-	-	-	-
Washing 50 °C / 120 °F AATCC TM 61 - 2A	washed (80°C)		4-5	5	2	5	5	4-5
	Reduction cleared		4-5	5	2	5	5	4-5
Perspiration fastness, alkaline ISO 105-E04	washed (80°C)		5	5	4-5	5	5	5
	Reduction cleared		5	5	4-5	5	5	5
Perspiration fastness, acid ISO 105-E04	washed (80°C)		5	5	4-5	5	5	5
	Reduction cleared		5	5	4-5	5	5	5
Rubbing, dry ISO 105-X12	washed (80°C)			5				
	Reduction cleared			5				

Other Properties

	Staining in fibre blends				Dyeing in fibre blends	
	Cotton		Wool 105 °C	Acrylic 105 °C	Triacetate 120 °C	Polyamide 120 °C
	130 °C	Thermosol				
Rinsed	1	1	1	1-2	1	1
Reduction cleared	2	1-2 R	1-2 R	1-2		

Warranty Information

This information and our technical advice - whether verbal, in writing or by way of trials - are given in good faith but without warranty, and this also applies where proprietary rights of third parties are involved. Our advice does not release you from the obligation to check its validity and to test our products as to their suitability for the intended processes and uses. The application, use and processing of our products and the products manufactured by you on the basis of our technical advice are beyond our control and, therefore, entirely your own responsibility. Our products are sold in accordance with our General Conditions of Sale and Delivery.

All fastnesses of the product were tested only as single products and not in combinations.

ANNEXES 5 :

DONNEES TECHNIQUES CONCERNANT LE RUBINE DIANIX SEB

I. DONNEES DU COLOR INDEX

Colour Index International

Fingerprints

Domenica Szrama

Part 2: Dyes (And Related Products)

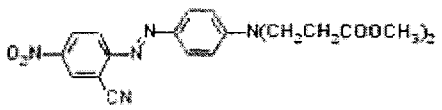
Search | **Your account** | **Help** | **Logout**

Wednesday, June 04, 2008

C.I. Generic Name: C.I. Disperse Red 82

Find similar | Previous | Next

C.I. Constitution Number	**C.I. 11140**
Chemical class	Monoazo
Shade	Bluish red (Polyester)
Discoverer	
First product	Resolin Red BBL
CAS Number	12223-42-6 + 30124-94-8
EC Number	
Classical name	
Important Note	*Colorant classification is undertaken based on information supplied by registrants and the knowledge available at the time a new C.I. Generic Name or C.I. Constitution Number is created.* *Not all the information included in the previous editions of the Colour Index has been transferred to the current online edition. However, all previous editions of the Colour Index are available in Portable Document Format (PDF) published on DVD. Click here*



Commercial Products

Commercial name	Manufacturer	Physical form	Uses and comments
Baliceron Red C-3B	PT Polkrik Chemicals Co		
Begacron Red 3B	PT Colorindo Aneka Chemicals		
Concordacron Red SE-3B	I-HWA Industrial Corp		
Disperse Red 3BLS	Global Colors Inc.		Polyester or acetate fibres and nylon.

Disperse Rubine BBL	Sinochem Ningbo Imp & Exp Corp		
Dorospers Red 3B	D&G Dyes Inc.		
Dysperse Red S-2BL	Albion Colours Ltd		
Hisperse Red C-3B	Tennants Textile Colours Ltd		
Intrasil Red 3BLS	Classic Dyestuffs Inc		
Lonsperse Disperse Red HBBL	Zhejiang Longsheng Group Co Ltd		Normal series disperse dyes. Integral shade range and good quality. Good dyeing rate, build-up and colour fastness.
Rathilene Red 4BL	Rathi Dye Chem (P) Ltd	Powder	Disperse dyes for dyeing polyester in different forms & blends.
Red BBL 320%	Hangzhou Garden (Enterprises) Group	Presscake	Also 200%.
Red S-BBL	Hangzhou Dikai Chemical Co Ltd	Presscake	100 & 400%.
Resolin Red BBL	Bayer AG		
Resolin Red BBL 200%	Classic Dyestuffs Inc		

Confirmed products Unconfirmed products

First page | Next page | Previous page | Last page | Continuous | Page 1 of 2

Home | Help | Reset | Contact the Society | Tech Support | Make the Colour Index your home page
© Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists 2002

II. DONNEES DU FABRICANT

Creation date: 19.12.2005 12:10

DyStar

Dianix Rubine SE-B

[redacted]

SD 1/1 0,75 %

Suitability

Depth of shade	HT		Carrier	Printing		Discharge printing			
						Ground		Illumination	
	Yarn	Piece		HTS	PS	alk.	SnCL2	alk.	SnCL2
pale	+	++	+	+	++	-	-	-	-
medium	+	++	-	+	++	-	-	-	-
dark	+	++	-	+	++	-	-	-	-

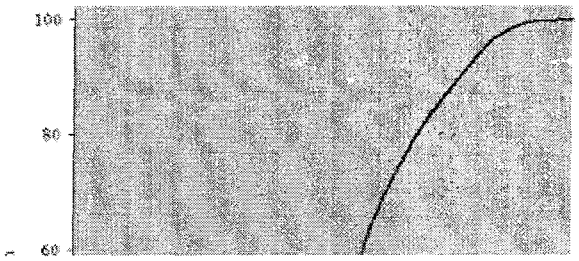
Depth of shade	HT (PES/CO)		Continuous	PES/WO		CA	CTA	PA
	Yarn	Piece	(PES/CO)	Yarn	Piece			
pale	++	++	++	-	-	++	++	-
medium	++	++	++			++	++	-
dark	++	++	++			++	++	-
Temperature			210°C					

Dye Characteristics

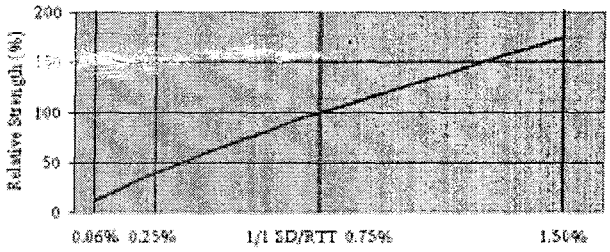
Level uptake	3
Barré coverage	good
Metal sensitivity Cu/Fe	5 / 5
pH stability	4.0 - 6.0

Artificial Light	
Tungsten	TL 84
yellower, brighter	yellower

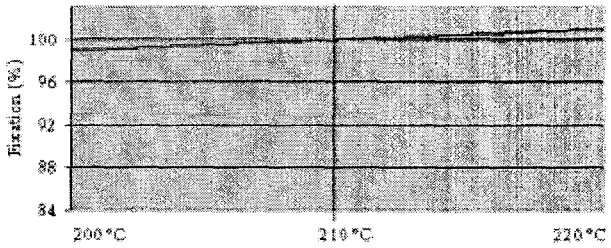
Rate of Dyeing Curve



Build-up



Temperature Dependency (Thermofixation)



All fastnesses of the product were tested only as single products and not in combinations.

Creation date: 19.12.2005 12:10

DyStar

Dianix Rubine SE-B

Fastnesses Properties on Polyester

1/1 SD, reduction cleared postset 180°C/30 seconds		1/12 SD	1/3 SD	1/1 SD	2/1 SD
Light fastness (Xenon arc) ISO 105-B02		7	7	7	>7
Light fastness (Carbon arc)AATCC 16A-1993		6-7	6-7	6-7	7
Sublimation Fastness	30s 180°C ISO 105-P01	5	4-5	4	3

1/1 SD, reduction cleared postset 180°C/30 seconds		F	CA	CO	PA	PES	PAN	WO
Water fastness, severe ISO 105-E01		5	4	4-5	4-5	5	5	5
Home laundry / washing 50 °C ISO 105-C06-B2S		5	4-5	5	3-4	5	5	4-5
Home laundry / washing 60 °C ISO 105-C06-C2S		-	-	-	-	-	-	-
Washing 50 °C / 120 °F AATCC TM 61 - 2A		5	4	5	3-4	5	5	4-5
Perspiration ISO 105-E04	alkaline	5	4	5	4	4-5	5	5
	acid	5	4-5	5	4-5	4-5	5	4-5
RubbingISO 105-X12	dry			5				
	wet			5				

Fastness Properties on Polyester/Cotton

PES/CO 50/50 1/1 SD postset 180 °C/30 seconds		F	CA	CO	PA	PES	PAN	WO
Water fastness, severe ISO 105-E01	washed (80°C)		3	3-4	2-3	3-4	4	3-4
	Reduction cleared		3	4	3	4	4-5	3-4
Home laundry / washing 50 °C ISO 105-C06-B2S	washed (80°C)		3-4	5	2-3	4-5	5	5
	Reduction cleared		3-4	5	2-3	4-5	5	5
Home laundry / washing 60 °C ISO 105-C06-C2S	washed (80°C)		-	-	-	-	-	-
	Reduction cleared		-	-	-	-	-	-
Washing 50 °C / 120 °F AATCC TM 61 - 2A	washed (80°C)		2	5	2-3	4-5	5	3-4
	Reduction cleared		2	5	2-3	4-5	5	3-4
Perspiration fastness, alkaline ISO 105-E04	washed (80°C)		3	4-5	2-3	3-4	4-5	3
	Reduction cleared		4-5	4-5	4	4-5	5	4-5
Perspiration fastness, acid ISO 105-E04	washed (80°C)		4	4-5	3	4	4	4-5
	Reduction cleared		4-5	4-5	3-4	4	4-5	4
Rubbing, dry ISO 105-X12	washed (80°C)			5				
	Reduction cleared			5				

Other Properties

	Staining in fibre blends				Dyeing in fibre blends	
	Cotton		Wool 105 °C	Acrylic 105 °C	Triacetate 120 °C	Polyamide 120 °C
	130 °C	Thermosol				
Rinsed	4	1-2	1	1	3 Y	1
Reduction cleared	5	4-5	1	1		

Warranty Information

This information and our technical advice - whether verbal, in writing or by way of trials - are given in good faith but without warranty, and this also applies where proprietary rights of third parties are involved. Our advice does not release you from the obligation to check its validity and to test our products as to their suitability for the intended processes and uses. The application, use and processing of our products and the products manufactured by you on the basis of our technical advice are beyond our control and, therefore, entirely your own responsibility. Our products are sold in accordance with our General Conditions of Sale and Delivery.

All fastnesses of the product were tested only as single products and not in combinations.

ANNEXE 6 :

DONNEES TECHNIQUES CONCERNANT LE MARINE DIANIX S2G

I. DONNEES DU COLOR INDEX

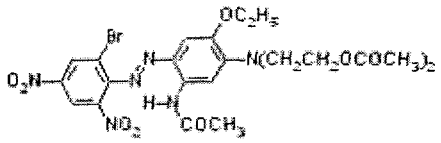
Colour Index International
Fingerprints

Part 2: Dyes (And Related Products)

C.I. Generic Name: C.I. Disperse Blue 79

Find similar | Previous | Next

C.I. Constitution Number	**C.I. 11345**
Chemical class	Monoazo
Shade	Reddish navy
Discoverer	
First product	
CAS Number	3956-55-6 + 12239-34-8
EC Number	
Classical name	
Important Note	Colorant classification is undertaken based on information supplied by registrants and the knowledge available at the time a new C.I. Generic Name or C.I. Constitution Number is created. Not all the information included in the previous editions of the Colour Index has been transferred to the current online edition. However, all previous editions of the Colour Index are available in Portable Document Format (PDF) published on DVD. Click here



Commercial Products

Commercial name	Manufacturer	Physical form	Uses and comments
Adis Navy Blue GRL 200%	Aashiana Dyestuffs Inc		
Akasperse Navy Blue 5RL 200% Liq	Aakash Chemicals & Dyestuffs Inc.		
Allilon Navy Blue EC	Allied Industrial Corp Ltd		
Ambicron Navy Blue S2GL	Thai Ambica Chemicals Co Ltd		
Apollon Navy Blue S-2GL	Taiheung Corp		
Begacron Navy Blue S-BL	PT Colorindo Aneka Chemicals		

Blue HGL	Zhechem Colours Co Ltd		
Blue H-GL	Hangzhou Dikai Chemical Co Ltd	Presscake	200 & 400%.
Brownacron Navy S-2GL 240%	Brown Fine Products C.		
Bucron Navy 2GNS	Blackman Uhler Chemical Division		
Burcosperse Navy S2GRL 200%	Classic Dyestuffs Inc		
Chemilene Blue IGNS	Chemiequip Ltd		
Chemilene Navy Blue IGNS	Chemiequip Ltd		
Chromacron Navy S-3BL	Cote Color Corp.		
Classic Disperse Blue 79 200%	Classic Dyestuffs Inc		

Confirmed products Unconfirmed products

© Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists 2002

II. DONNEES DU FABRICANT

Creation date: 19.12.2005 12:11

DyStar

Dianix Navy S-2G 200%

[redacted]

SD 1/1 1,8 %

Suitability

Depth of shade	HT		Carrier	Printing		Discharge printing			
						Ground		Illumination	
	Yarn	Piece		HTS	PS	alk.	SnCL2	alk.	SnCL2
pale	++	++	-	++	+	-	-	-	-
medium	++	++	-	++	+	-	-	-	-
dark	++	++	-	++	+	-	-	-	-

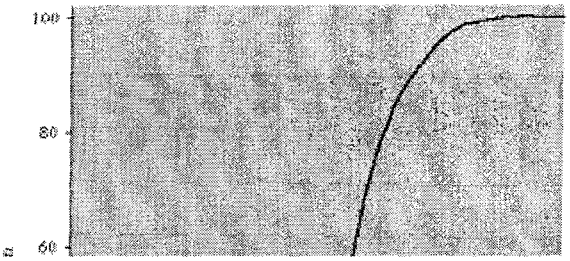
Depth of shade	HT (PES/CO)		Continuous	PES/WO		CA	CTA	PA
	Yarn	Piece	(PES/CO)	Yarn	Piece			
pale	++	++	++	-	-	-	+	-
medium	++	++	++			-	+	-
dark	++	++	++			-	+	-
Temperature			220°C					

Dye Characteristics

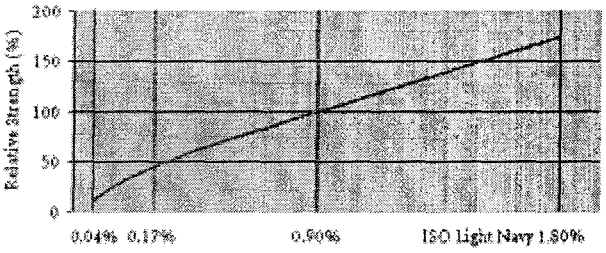
Level uptake	3
Barré coverage	limited
Metal sensitivity Cu/Fe	1 / 5
pH stability	4.0 - 6.0

Artificial Light	
Tungsten	TL 84
brighter	greener

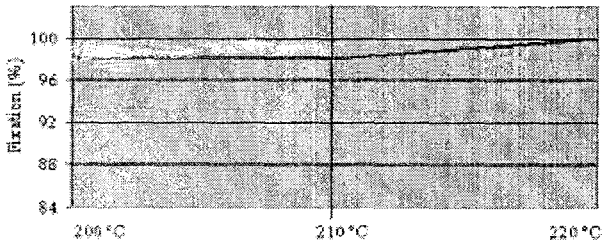
Rate of Dyeing Curve



Build-up



Temperature Dependency (Thermofixation)



All fastnesses of the product were tested only as single products and not in combinations.

Creation date: 19.12.2005 12:11

DyStar

Dianix Navy S-2G 200%

Fastnesses Properties on Polyester

Navy, reduction cleared postset 180°C/30 seconds		1/3 SD	1/2 SD	Navy
Light fastness (Xenon arc) ISO 105-B02		5-6	6	6
Light fastness (Carbon arc)AATCC 16A-1993		4	4	5
Sublimation Fastness	30s 180°C ISO 105-P01	5	5	4-5

Navy, reduction cleared postset 180°C/30 seconds		F	CA	CO	PA	PES	PAN	WO
Water fastness, severe ISO 105-E01		5	5	5	4-5	5	5	5
Home laundry / washing 50 °C ISO 105-C06-B2S		5	5	5	4-5	4-5	5	5
Home laundry / washing 60 °C ISO 105-C06-C2S		-	-	-	-	-	-	-
Washing 50 °C / 120 °F AATCC TM 61 - 2A		5	5	5	4-5	4-5	5	4-5
PerspirationISO 105-E04	alkaline	5	5	5	4-5	5	5	5
	acid	5	5	5	4-5	5	5	5
Rubbing ISO 105-X12	dry			4-5				
	wet			5				

Fastness Properties on Polyester/Cotton

PES/CO 50/50 Navy postset 180 °C/30 seconds		F	CA	CO	PA	PES	PAN	WO
Water fastness, severe ISO 105-E01	washed (80°C)		4-5	5	4-5	5	5	5
	Reduction cleared		4-5	5	4-5	5	5	5
Home laundry / washing 50 °C ISO 105-C06-B2S	washed (80°C)		4-5	5	4	4-5	5	4-5
	Reduction cleared		4-5	5	4	4-5	5	4-5
Home laundry / washing 60 °C ISO 105-C06-C2S	washed (80°C)		-	-	-	-	-	-
	Reduction cleared		-	-	-	-	-	-
Washing 50 °C / 120 °F AATCC TM 61 - 2A	washed (80°C)		4-5	5	3-4	4-5	5	4-5
	Reduction cleared		4-5	5	4	4-5	5	4-5
Perspiration fastness, alkaline ISO 105-E04	washed (80°C)		5	5	4-5	5	5	5
	Reduction cleared		5	5	4-5	5	5	5
Perspiration fastness, acid ISO 105-E04	washed (80°C)		5	5	4-5	5	5	5
	Reduction cleared		5	5	4-5	5	5	5
Rubbing, dry ISO 105-X12	washed (80°C)			5				
	Reduction cleared			5				

Other Properties

	Staining in fibre blends				Dyeing in fibre blends	
	Cotton		Wool 105 °C	Acrylic 105 °C	Triacetate 120 °C	Polyamide 120 °C
	130 °C	Thermosol				
Rinsed	3	1-2	1	2	3 R	1
Reduction cleared	4-5	4	1	2		

Warranty Information

This information and our technical advice - whether verbal, in writing or by way of trials - are given in good faith but without warranty, and this also applies where proprietary rights of third parties are involved. Our advice does not release you from the obligation to check its validity and to test our products as to their suitability for the intended processes and uses. The application, use and processing of our products and the products manufactured by you on the basis of our technical advice are beyond our control and, therefore, entirely your own responsibility. Our products are sold in accordance with our General Conditions of Sale and Delivery.

All fastnesses of the product were tested only as single products and not in combinations.

ANNEXE 7 :

SOLIDITES AUX LAVAGES

[113]

Objectifs :

- Evaluer la dégradation des coloris d'un article testé après un ou plusieurs lavages dans des conditions déterminées.
- Déterminer le dégorgement de l'article testé sur des témoins blancs dont la composition dépend de la matière à tester.

Mode opératoire :

Mettre la matière à tester en contact avec des témoins blancs :

- Le premier témoin blanc est composé du même genre de fibre que le textile à soumettre à l'essai ou dans le cas des mélanges du même genre que la fibre prédominante,
- Le second est composé de la fibre indiquée dans le tableau ci-dessous, ou dans le cas des mélanges du genre de la deuxième fibre en importance.

Si le premier tissu témoin est	Le second doit être	
	à 40°C	à plus de 40°C
Coton	Laine	Viscose
Laine	Coton	-
Soie	Coton	-
Viscose	Laine	Coton
Lin	Laine	Viscose
Acétate ou triacétate	Viscose	Viscose
Polyamide	Laine ou coton*	Coton
Polyester	Laine ou coton*	Coton
acrylique	Laine ou coton*	Coton

* : On utilisera un témoin en laine pour la maille et un en coton pour le chaîne et trame.

Placer l'échantillon ainsi obtenu dans un tourne-biberon pendant un temps déterminé à une température donnée en présence de bain de savonnage dont la composition varie selon le tableau suivant :

Test	Durée en minutes	Température en °C	Bain	
			Savon en g/l	Na_2CO_3 en g/l
ISO 1	30	40	5	0
ISO 2	45	50	5	0
ISO 3	30	60	5	2
ISO 4	30	95	5	2
ISO 5	240	95	5	2

Après séchage, procéder à sa cotation de 1 à 5 avec l'échelle de gris pour la dégradation et l'échelle de blanc pour le dégorgement sous lumière normalisée.

1 : dégradation ou dégorgement très important,

5 : aucune modification par rapport à l'échantillon témoin.

ANNEXE 8 :

FICHE TECHNIQUE DU CYCLANON ECO

Technical Information

Cyclanon® ECO

January 2000

Liquid reducing agent for clearing dyeings on polyester, polyacrylonitrile, cellulose acetate and their blends. Applied in the dyebath and most effective under acidic conditions.

Replaces alkali clearing procedures thus providing productivity and environmental benefits.

Recommended product for BASF Basojet® System.

Cyclanon® ECO

Nature	Aqueous solution of a sulphinic acid derivative, anionic.
Physical Form	Clear yellow liquid.
Storage	Under the proper conditions, Cyclanon ECO can be stored for up to 24 months in closed containers at temperatures between 32 and 90°F. At low temperatures, the product may solidify, but will regain its homogenous liquid appearance upon warming up. Partly used containers should be kept tightly closed and used up as soon as possible.

Properties

Specific Gravity	Approximately 1.37 g/ml (11.4 lbs / gal)
pH	Approximately 10-11.5
Solubility	Cyclanon ECO is freely miscible with water. It has no unpleasant odor and is not spontaneously flammable.
Stability	Stable to hard water and alkalis. Do not mix product directly with acids; add acid after Cyclanon ECO to the dyebath. Aqueous alkaline stock solutions of Cyclanon ECO are stable to air at room temperature for at least two days.
Compatibility	Do not bring into contact with strong oxidizing agents such as hydrogen peroxide, sodium chlorite, sodium hypochlorite or Basotol®. Compatible with anionic and nonionic products. Precipitation may occur with cationic auxiliaries or dyes. In such cases the aftertreatment should be carried out in a fresh bath.
Ecology	Cyclanon ECO is readily biodegradable/eliminable.

Cyclanon® ECO

Action

Cyclanon ECO has an excellent reductive effect in acidic dyebaths during the cooling stage, and is very suitable for removing unfixed disperse dyes from polyester (PES), wool, natural silk, cellulose acetate and cellulosic fibers, and for decolorizing the dyebath.

Cyclanon ECO does not increase the tendency of polyester to release oligomers, a tendency that very much depends on the quality of the material. In the dyeing of yarn, when the dyebath is drained at high temperature, no increase in the amount of oligomers on the fibers is found. However, it has been found that when certain types of polyester material are dyed in the form of tightly wound packages, filtration effects can occur, if the reductive clearing is carried out in the same bath, as the material releases more oligomers. In such cases, the goods must be cleared in a fresh bath.

Applications

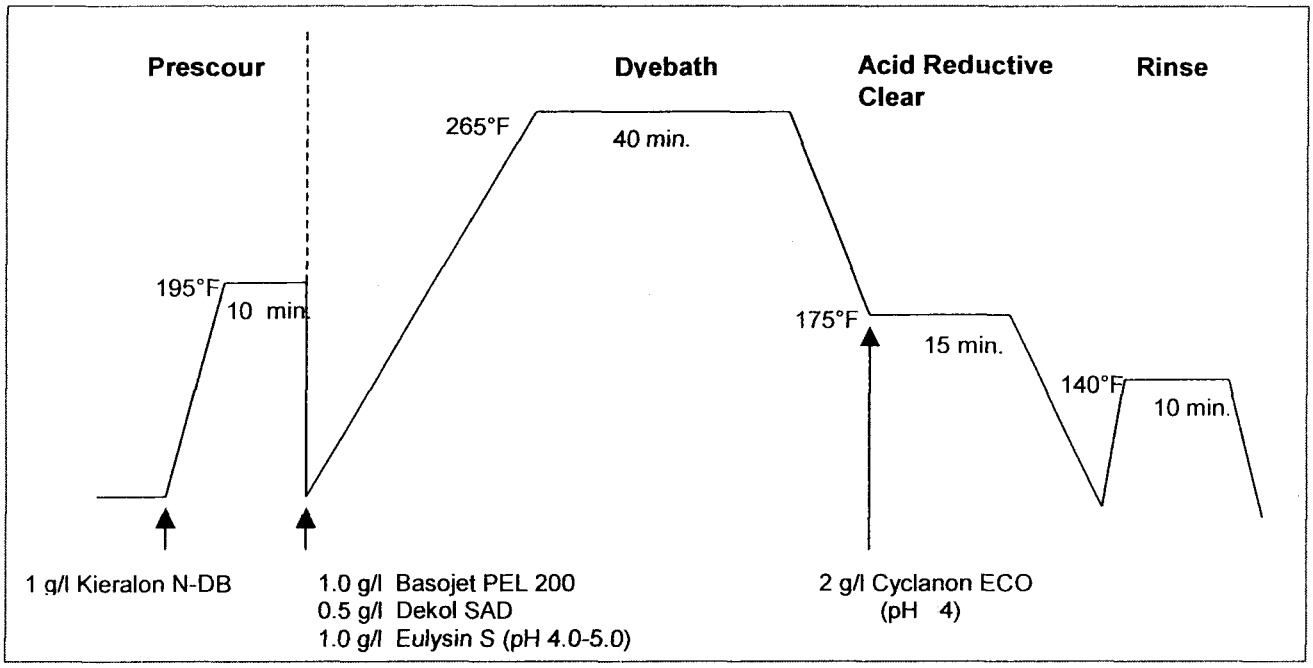
Acid Reductive Clear

Cyclanon ECO is used to remove unfixed disperse dyes from freshly dyed polyester, polyacrylonitrile and cellulose acetate fibers, as well as from blends of polyester with polyacrylonitrile, wool, silk and cellulosic fibers. With blends containing elastane fibers, the suitability of the product must be verified in trials.

The product also destroys residual non-exhausted dye in the dyebath, together with loosely attached dye on the fabric.

Cyclanon ECO is highly effective in acid dyebaths during the cooling stage.

BASOJET SYSTEM
BATCH DYEING OF POLYESTER



Application

The pH value of the dyebath should not exceed 5; the product is more effective at lower pH values. When the reductive clearing agent has completely reacted, the pH value of the liquor is practically neutral.

Cyclanon ECO can be used in all usual dyeing machines. As it forms no foam and is stable to air, it can even be used in jet dyeing machines.

Advantages

As there is no need to add alkali to the dyebath or to the fresh clearing bath, or to acidify the polyester after the alkaline treatment, less time, energy, water and chemicals are required and the wastewater is much cleaner.

Cyclanon® ECO

Guideline

The quantity of Cyclanon ECO required depends on the depth of shade of the dyeing to be cleared, and the pH value.

Reductive clearing of dyeings on PES, PAN and PES/PAN

If necessary, i.e. in a fresh bath, adjust pH to less than 5 with

0.5 - 2 g/l Eulysin® S or acetic acid
(add before Cyclanon ECO)

- for medium shades: 1.4 - 2.1 g/l Cyclanon ECO (1.0 - 1.5 ml/l)
- for dark shades: 2.1 - 3.4 g/l Cyclanon ECO (1.5 - 2.5 ml/l)

Clear for 10 - 20 min at 160 – 175 °F

160°F for dyeings on Nylon(PAN), rinse.
To clear dark shades on PES/PAN in the dyebath, it may be necessary to add Uniperol® KA to avoid precipitation when the anionic auxiliary comes into contact with cationic dyes, or to clear the dyeing in a fresh bath.

Guideline Recipes acetate

Reductive clearing of dyeings on cellulose acetate

Dyeings on cellulose acetate can also be reductively cleared by the new process under acidic conditions, with less damage to the fibers:

0.5 g/l Eulysin® S or acetic acid (add before Cyclanon ECO)
2.0 g/l Cyclanon ECO

Clear for 15 min at 50 - 60°C, rinse.

Reductive intermediate clearing of dyeings with disperse and reactive dyes on polyester/cotton blends

Polyester/cotton

Reductive intermediate clearing of these blends with Cyclanon ECO is advantageous over the conventional process in a strong alkaline bath, as the resulting pH is closer to the optimum for the reactive dyeing. The goods must be thoroughly rinsed to remove the reducing agent completely before dyeing the cotton with reactive dyes.

Safety

We know of no ill effects that could have resulted from using *Cyclanon® ECO* for the purpose for which it is intended and from processing it in accordance with current practice.

According to the experience that we have gained over many years and other information at our disposal, *Cyclanon® ECO* does not exert any harmful effects on health, provided that it is used properly, due attention is given to the precautions necessary for handling chemicals, and the information and advice given in our Material Safety Data Sheet are observed.

Important: While the information and data contained in this bulletin are presented in good faith and believed to be reliable, they do not constitute a part of our terms and conditions of sales unless specifically incorporated in our Order Acknowledgment. NOTHING HEREIN SHALL BE DEEMED TO CONSTITUTE A WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, THAT SAID INFORMATION OR DATA ARE CORRECT OR THAT THE PRODUCTS DESCRIBED ARE MERCHANTABLE OR FIT FOR A PARTICULAR PURPOSE, OR THAT SAID INFORMATION, DATA OR PRODUCTS CAN BE USED WITHOUT INFRINGING PATENTS OF THIRD PARTIES.

Note: Material Safety Data Sheet is available upon request.

BASF Corporation, 2000
Colorants and Textile / Leather Chemicals

BASF Canada Inc.
345 Carlingview Drive.
Toronto ON
M9W 6N9
Canada
(416) 675-3611

BASF Corporation
4330 Chesapeake Drive
Charlotte, NC 28266
USA

(704) 392-4313
(800) 545-4931

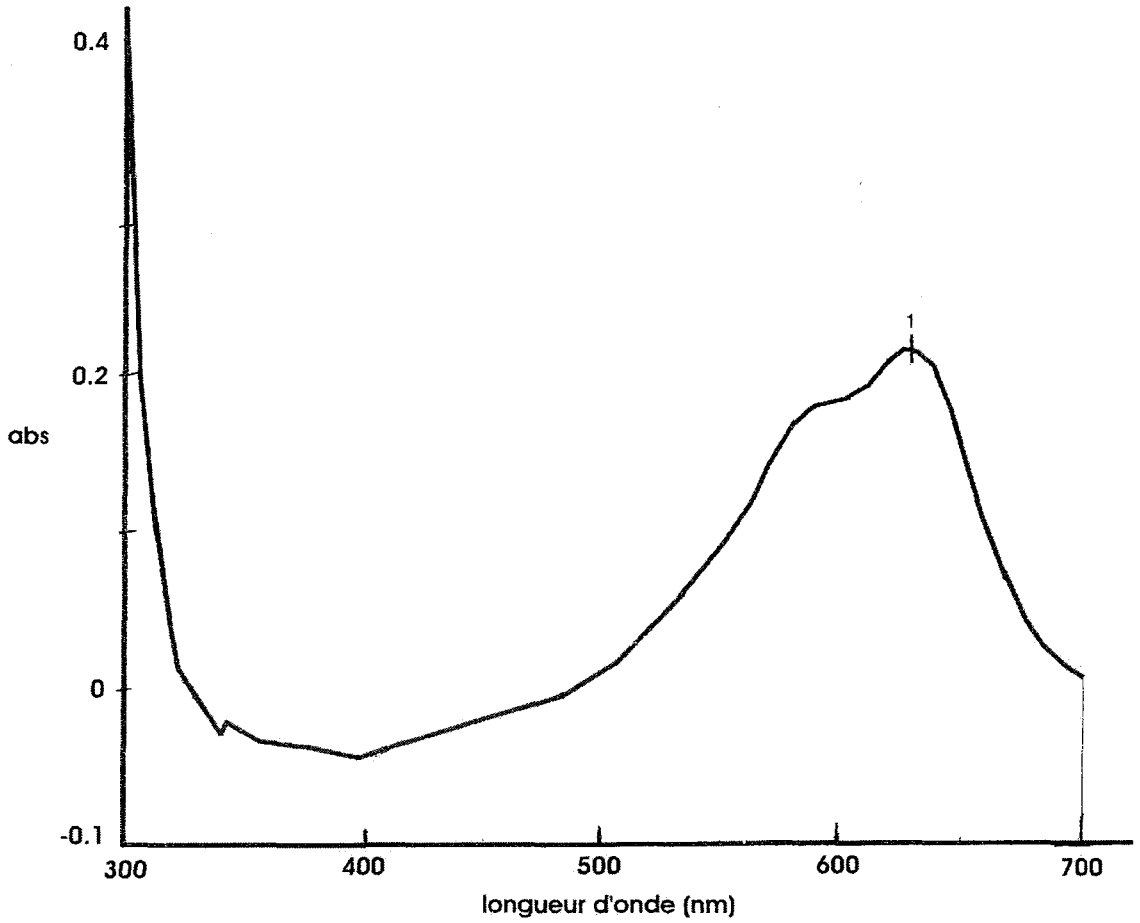
BASF Mexicana, S.A de C.V.
Insurgentes Sur 975
Col. Cd. de los Deportes
03710 México, D. F.
México
(5) 325 2709

BASF

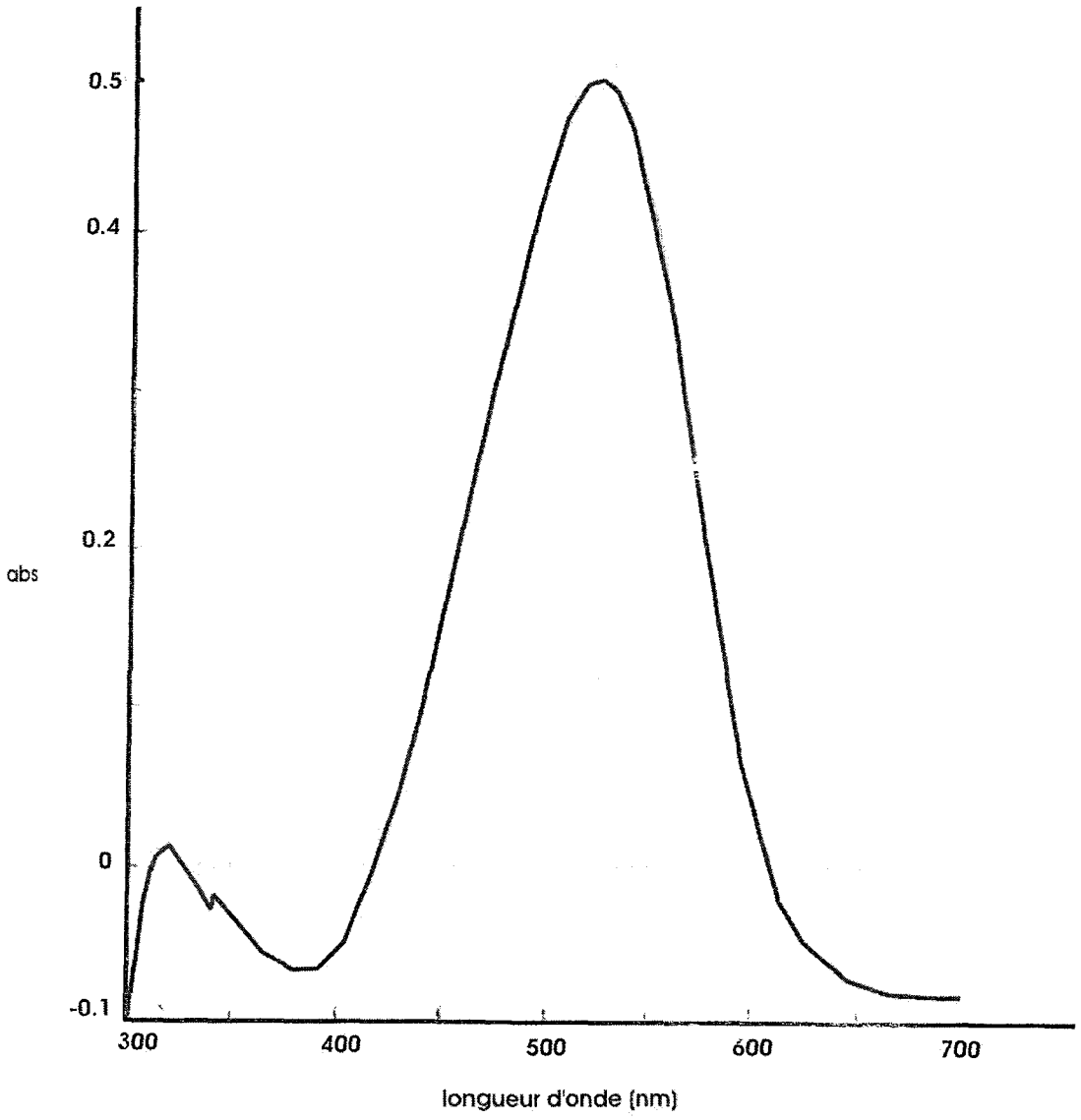
ANNEXE 9 :

COURBES D'ABSORBANCE DES TROIS COLORANTS

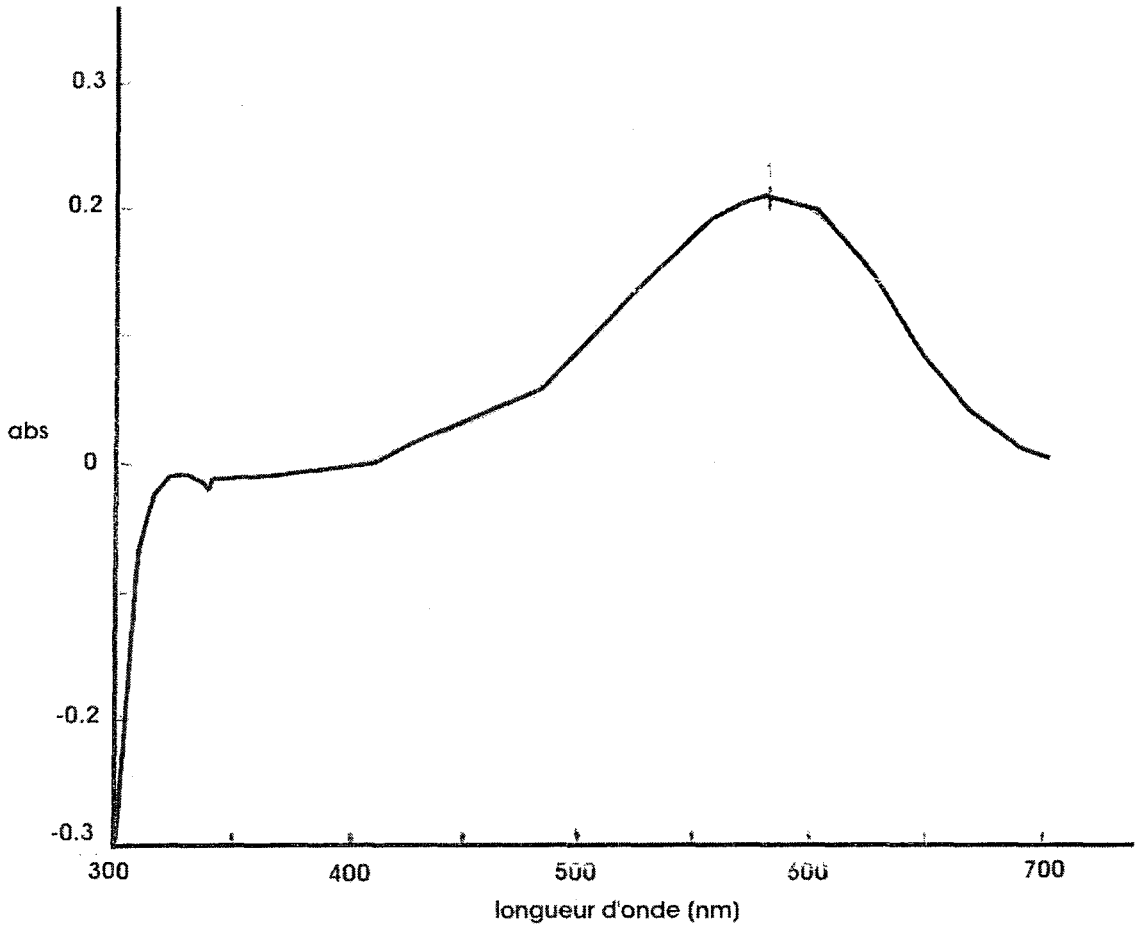
I. BLEU DIANIX E-R



II. RUBINE DIANIX SEB

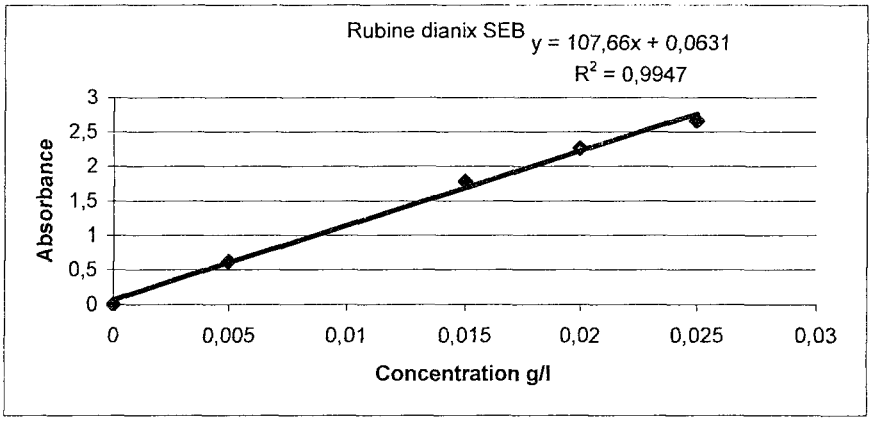


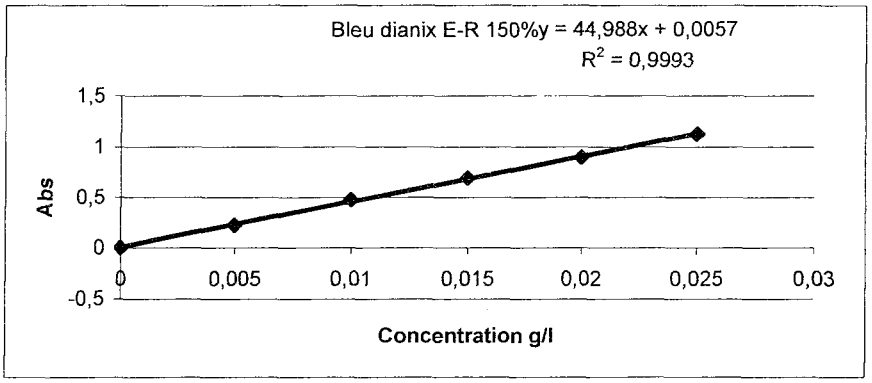
III. MARINE DIANIX S-2G

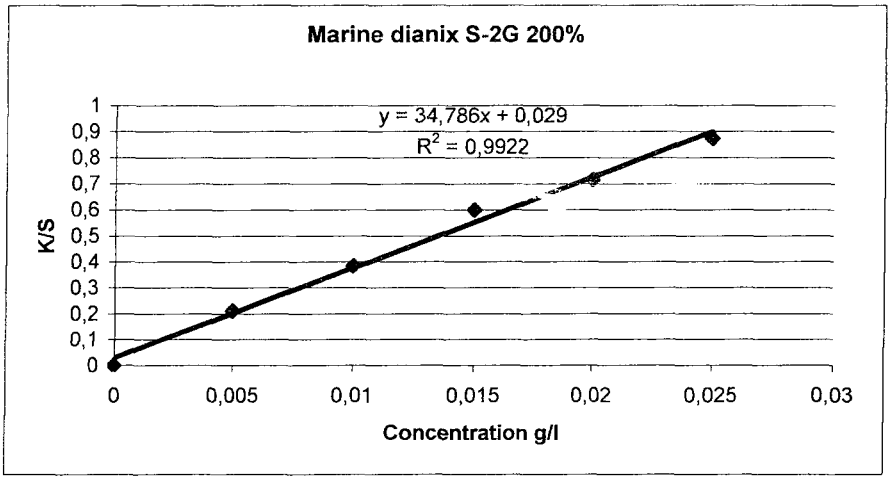


ANNEXE 10 :

COURBES D'ETALONNGE ET EQUATION DES DROITES D'ETALONNAGE



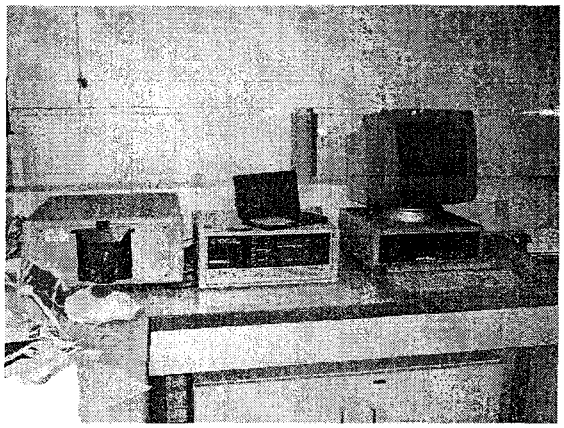




ANNEXE 11 :

LE SPECTROMETRE 2020 PL

I. APPAREIL



Spectrophotomètre

Etalons noir et blanc

II. UTILISATION SUR ECHANTILLONS BLANCHIS

But :

Mesure du degré de blanc des échantillons.

Principe :

Etalonner le spectrophotomètre avec des étalons : un noir et un blanc.

Mesurer le degré de blanc des échantillons.

Mode opératoire :

Passer les étalons noir et blanc.

Définir les valeurs de réflectance du type (témoin : matière écru).

Le système calculera ses composantes trichromiques et ses coordonnées CIELAB. Il en dérive une valeur d'indice de blanc CIE.

Définir les valeurs de réflectance du lot (échantillon).

Comparer les indices de blanc obtenus : plus la valeur est élevée, plus l'échantillon est blanc.

III. UTILISATION SUR ECHANTILLONS TEINTS

But :

Mesure de la luminosité des échantillons teints afin de comparer leur hauteur de ton.

Principe :

Etalonner le spectrophotomètre avec des étalons : un noir et un blanc.

Mesurer la réflectance de l'échantillon que l'on peut examiner dans différents systèmes (Labch, xyz,...).

Mode opératoire :

Passer les étalons noir et blanc.

Mesurer la réflectance de l'échantillon.

Indiquer les résultats dans le système Labch.

L'imprimé nous donne les valeurs absolues correspondantes à la luminosité (L), à l'axe rouge-vert (a), àl'axe bleu-jaune (b), à la saturation et à l'angle de la teinte sous les divers illuminants.

Relever la valeur de L : elle s'étend de 0 à 100, 0 correspond à un échantillon noir et 100 à un échantillon blanc.

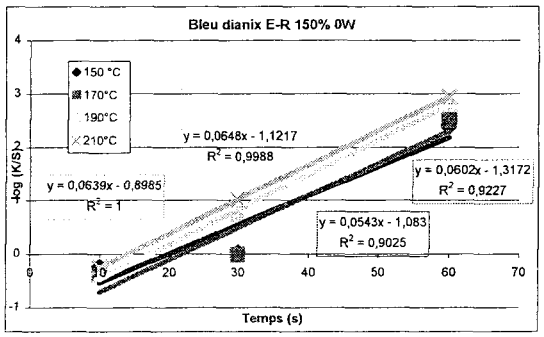
Comparer les différents échantillons : plus la valeur de L est basse, plus la hauteur de ton est élevée.

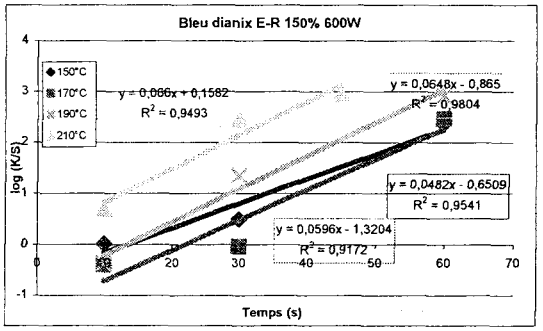
ANNEXE 12 :

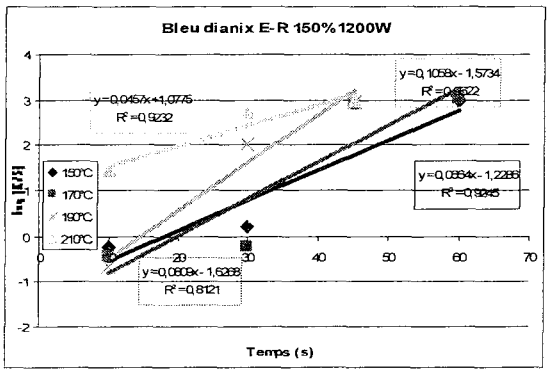
COMPLEMENTS GRAPHIQUES

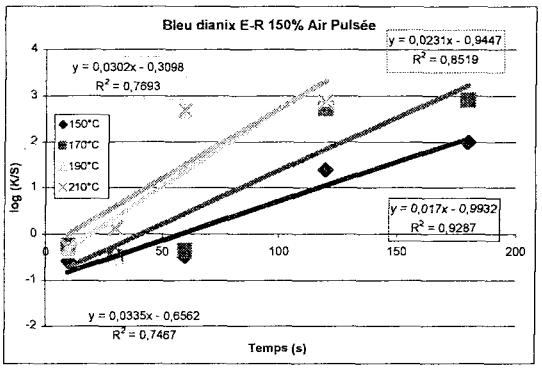
Modèle mathématique I

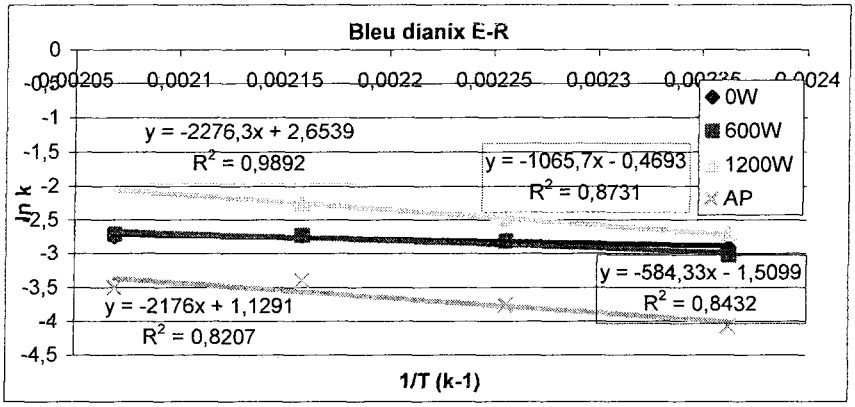
Bleu dianix E-R





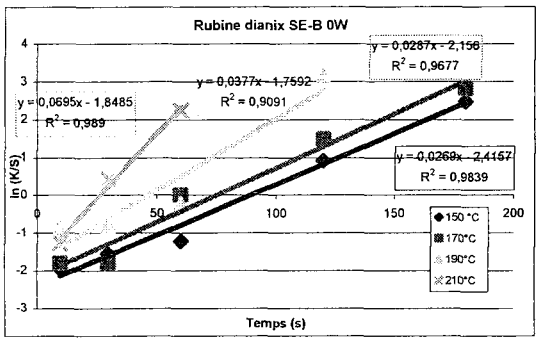


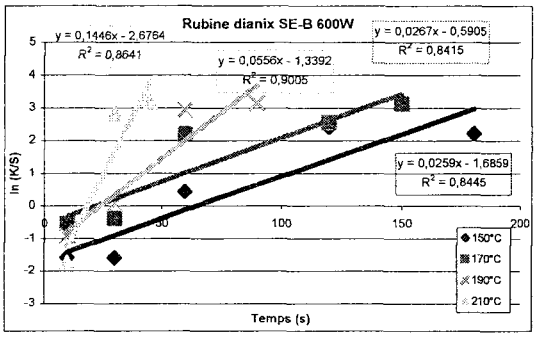


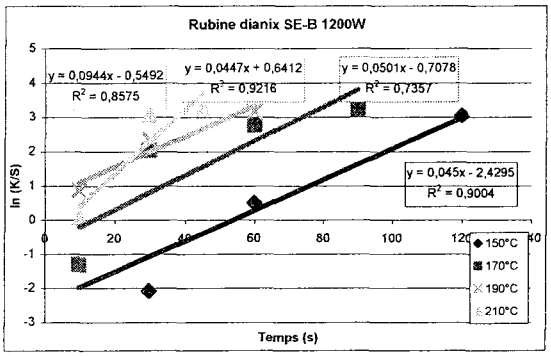


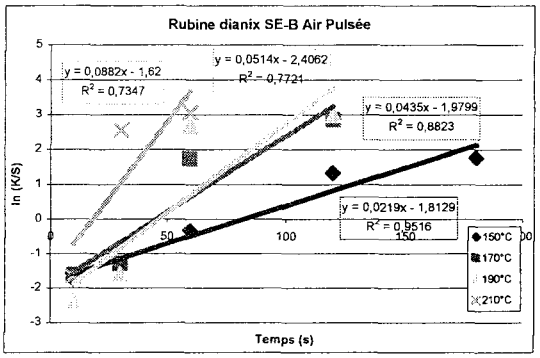
Modèle mathématique I

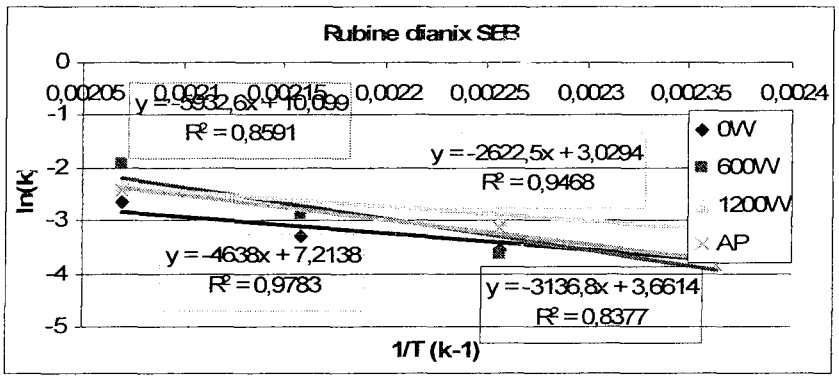
Rubine dianix SEB





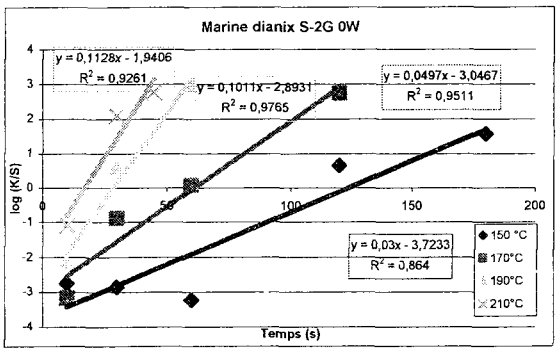


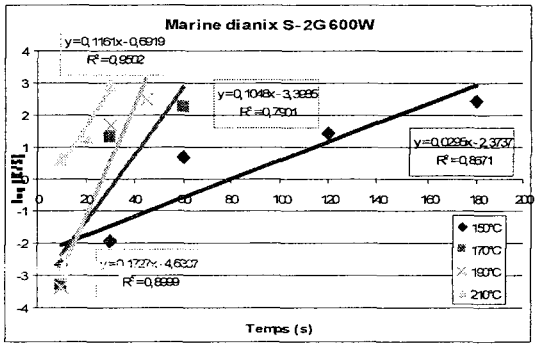


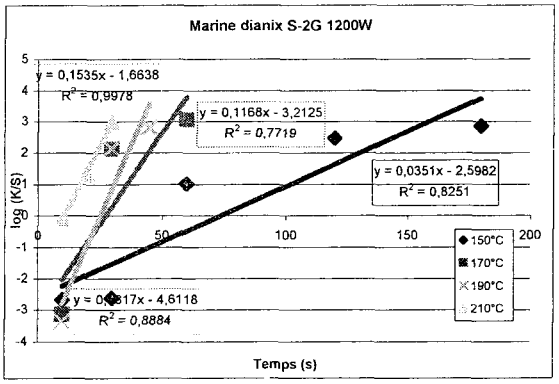


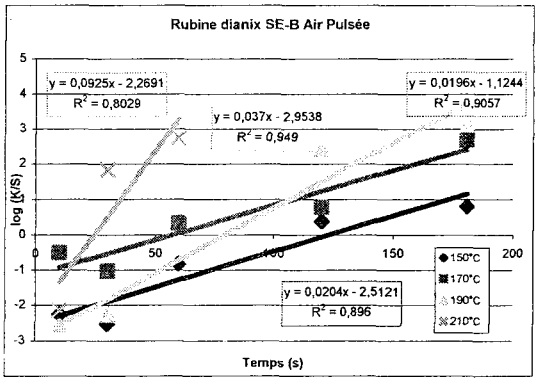
Modèle mathématique

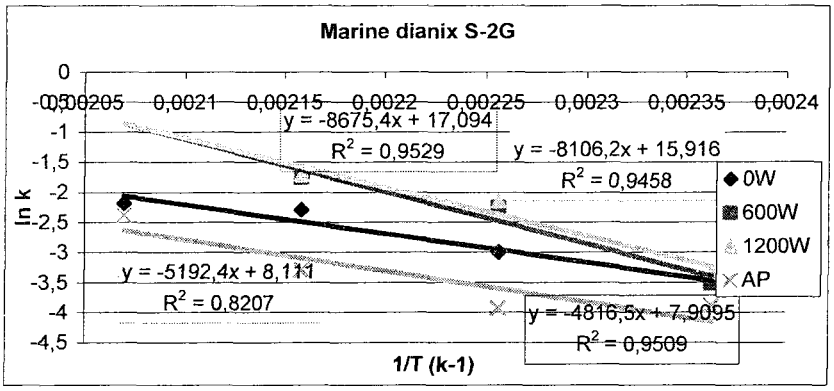
Marine dianix S-2G





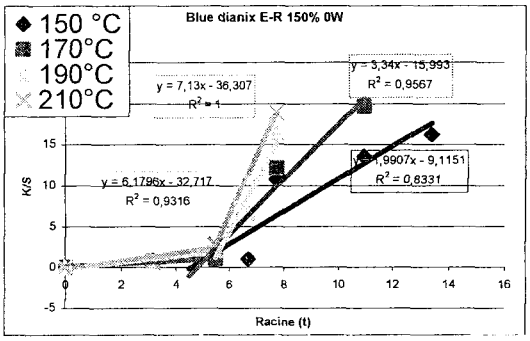


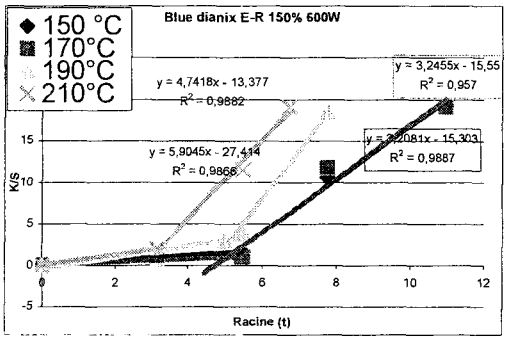


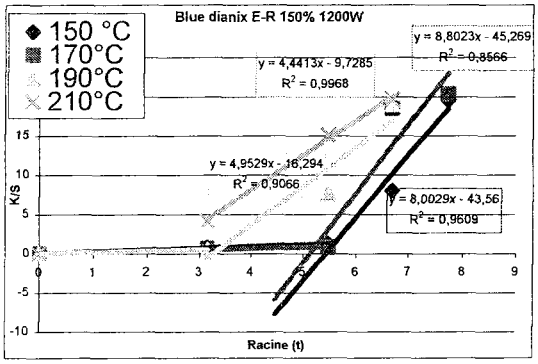


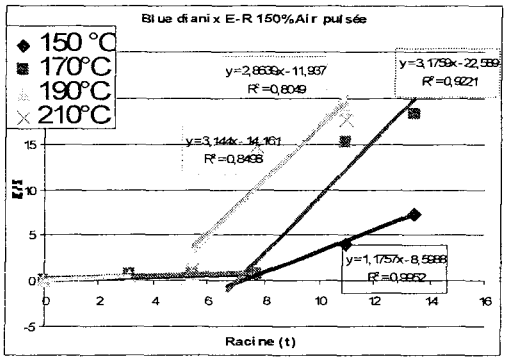
Etude de la diffusion

Bleu dianix ER



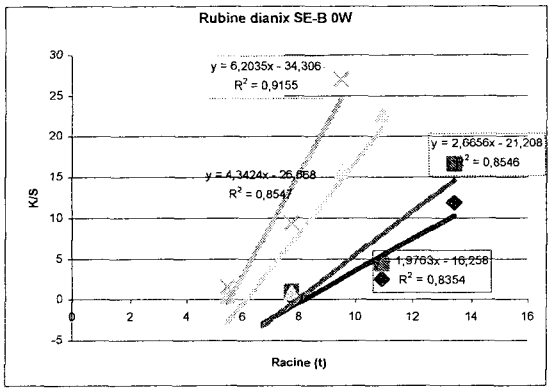


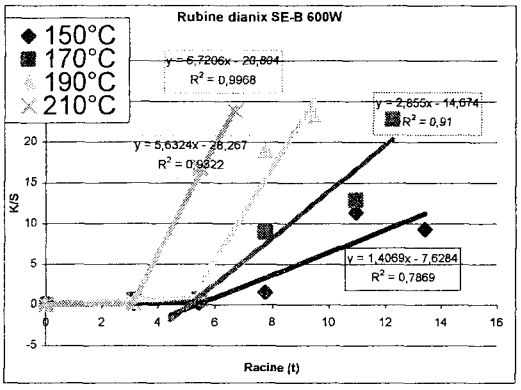


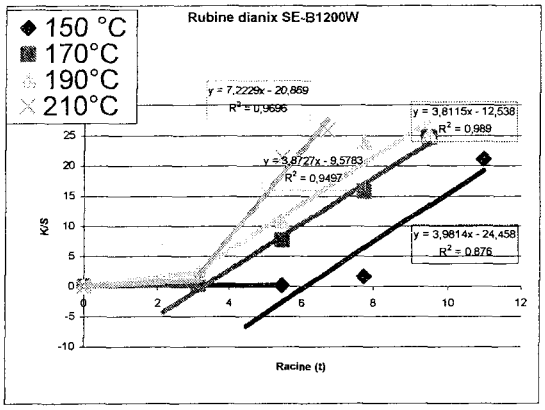


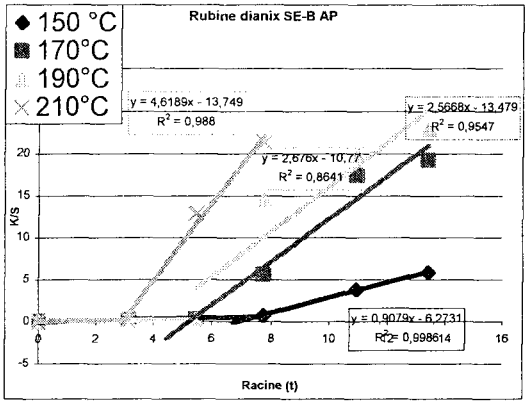
Etude de la diffusion

Rubine dianix SEB



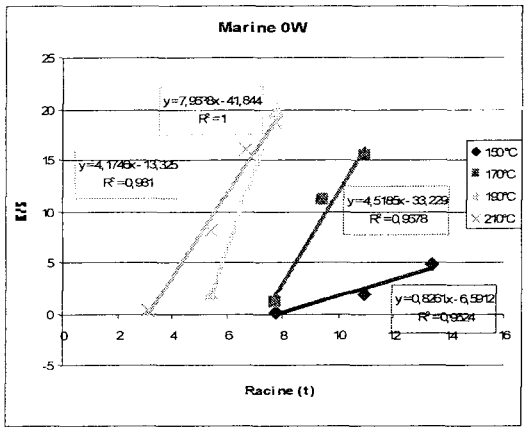


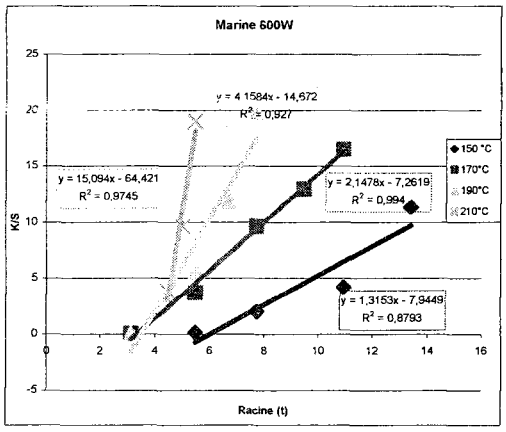


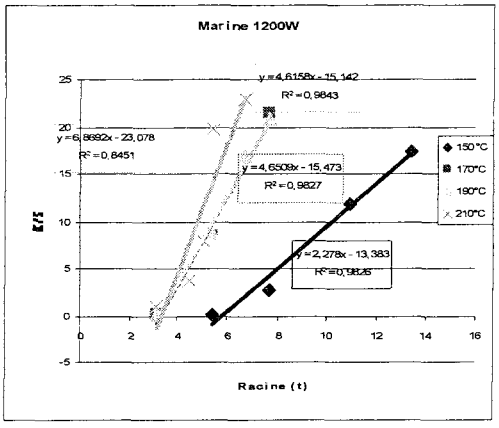


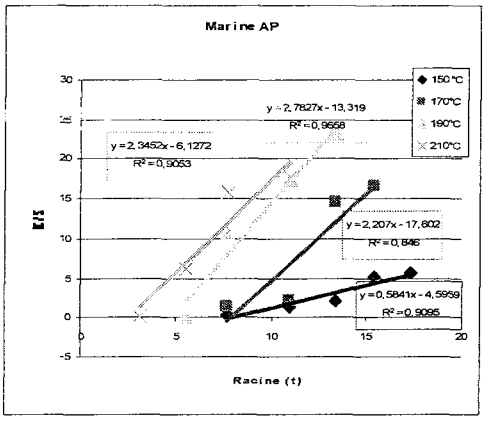
Etude de la diffusion

Marine dianix S2 - G









LISTE DES FIGURES

Figure 1: Spectre électromagnétique [17] 12
Figure 2: profondeur de pénétration des ondes 13
Figure 3: un magnétron 14
Figure 4 : schéma d'un magnétron [19] 15
Figure 5 : Effet du champ électrique environnant sur l'orientation des dipôles 17
Figure 6 : Températures d'ébullition de quelques solvants polaires (°C) [28], [29], [30] 18
Figure 7 : profil de chauffage d'un matériaux au cours du temps selon qu'il est chauffé par conduction ou par micro-onde [18] 19
Figure 8 : Equation de la réaction unimoléculaire d'imidation dans la N-méthylpyrrolidone 21
Figure 9 : Energie d'activation pour la réaction d'imidation 21
Figure 10 : Equation de la ransformation du 2-^{t}butylphénol en présence de montmorillonite KSF 21
Figure 11 : Paramètres cinétiques (K°) en fonction de la température pour la réaction du 2-^{t}butylphénol sous micro-ondes (MO) ou chauffage classique (Δ) 22
Figure 12 : Schéma de production de la fibre de PET [75] 26
Figure 13 : Maille cristalline du polyester 27
Figure 14 : Chemin d'une chaîne macromoléculaire au sein d'une fibre de PET [73] 27
Figure 15 : Représentation de la structure du polyester par Prevorsek. 28
Figure 16 : Température de transition vitreuse du PET en fonction de son taux de cristallinité [76] 30
Figure 17 : Température de transition vitreuse des fibres de PET en fonction de la température de thermofixation [73] 30
Figure 18 : Formule de la cellulose 32
Figure 19 : composition chimique des colorants disperses de type azoïque [85] 42
Figure 20 : composition chimique des colorants disperses de type anthraquinonique [85] 43
Figure 21 : oligomère du polyester 44
Figure 22 : Oligomère à la surface du PET [97] 45
Figure 23 : schéma du procédé de teinture par thermosolage 46
Figure 24 : Mécanisme de transfert du colorant dispersé vers le fibre de PET [84] 48
Figure 25 : Jigger micro-onde 51
Figure 26 : effet de la caustification par micro-onde sur le rendement de teinture du polyester avec le colorant CI disperse blue 79 [68] 52
Figure 27 : Machine de traitement du polyester Apollotex [5] 52
Figure 28 : Effet de la puissance micro-onde émise sur la perte de masse du polyester [68] 53
Figure 29 : K/S en fonction du temps de teinture par micro-onde d'échantillons de polyester prétraités dans l'eau ou le perchloréthyléne [67] 54
Figure 30 : Comparaison du rendement tinctorial avec micro-onde et par chauffage conventionnel [69] 54
Figure 31 : Effet de l'ajout de sel ou d'urée sur le rendement tinctorial des teintures par micro-ondes[69] 55
Figure 32 : Effet de la concentration en solvant sur le K/S des tissus polyester teints par micro-ondes avec [69] : 56
Figure 33 : Procédé de traitement utilisé dans cette étude 59
Figure 34 : photos du four ménager Wirpool 60
Figure 35 : photo de la ligne pilote de laboratoire 63
Figure 36 : le pilote de laboratoire 63
Figure 37 : Schéma d'un piège à ondes 64
Figure 38 : numérotation des cylindres et parcours du textile dans l'enceinte 64
Figure 39 : les trois cylindres chauffants et les régulateurs 65
Figure 40 et 41 : comportement des cylindres 1 et 3 pendant le chauffage 65
Figure 42 : sas de passage du textile dans l'enceinte 66
Figure 43 : sas d'entrée du textile dans l'enceinte 66
Figure 44 : forme des pièges à ondes placés sur la porte centrale 67
Figure 45 : Piéges à ondes sur la porte centrale de l'enceinte 67
Figure 46 : ventilateur permettant l'évacuation de la vapeur d'eau 68
Figure 47 : Système de circulation d'air chaud à l'intérieur de l'enceinte micro-onde 68
Figure 48 : fenêtre d'entrées de micro-ondes 69
Figure 49 : vue de dessus de l'enceinte micro-onde 69
Figure 50 : position de la tête micro-onde 70
Figure 51 : coffret d'alimentation et de commande 70
Figure 52 : Tête micro-onde 71
Figure 53 : schéma de principe d'un circulateur micro-onde 72
Figure 54 : Circulateur (A) et charge à eau (B) 72

Figure 55 : résonateur 73
Figure 56 : Capteur permettant la mesure des ondes réfléchies 73
Figure 57 : équipement pour la mesure des ondes réfléchies (A : indicateur, B : atténuateur) 74
Figure 58 : taux d'ondes réfléchies en fonction de la puissance émise 74
Figure 59 : positions possibles de l'entrée des micro-ondes dans l'enceinte 75
Figure 60 : position verticale et horizontale de la colonne micro-onde 75
Figure 61 : foulard vertical utilisé pour l'étude 76
Figure 62 : vitesse de défilement en cm en fonction de la valeur affichée 77
Figure 63 : tissus multifibre utilisé pour faire les tests de solidité aux lavages 79
Figure 64 : Cotation du dégorgement du polyester après lavage ISO 3 en fonction du dépouillement. 80
Figure 65 : Vérification de la qualité du débouillissage 81
Figure 66 : Degré de blanc en fonction du temps d'exposition aux micro-ondes (900 W) sur four ménager 83
Figure 67 : Degré de blanc en fonction de la quantité d'eau oxygénée pour des temps d'exposition aux micro-ondes (900 W) de 2 et 3 min sur four ménager 83
Figure 68 : Degré de blanc en fonction de la quantité d'eau oxygénée pour des temps d'exposition aux micro-ondes (900 W) de 2 et 3 min sur four ménager avec azurage 84
Figure 69 : degré de blanc en fonction de la température des cylindres et de la quantité d'eau oxygénée 85
Figure 70 : Décomposition de l'eau oxygénée en fonction du temps d'exposition aux micro-ondes (four ménager 900 W) avec ou sans contact avec un tissu en coton préalablement débouilli avec ou sans ajout de stabilisateur permettant de ralentir la décomposition de l'eau oxygénée 86
Figure 71 et 72 : Influence de l'agent de rendement et de l'agent d'unisson sur la teinture du coton en colorant direct par micro-ondes 88
Figure 73 et 74 : Luminosité en fonction de la quantité de sel et d'anti-migrant pour la teinture du coton en colorant réactif avec 2 min d'exposition dans le micro-onde ménager (900W) 90
Figure 75 : Coton teint avec le rouge cibacrone C présentant des effets de bord 90
Figure 76 : Coton teint avec le rouge cibacrone CR à différentes concentration et coupe transversale des fibre de coton 91
Figure 77 : Qualité du dégraissage en fonction du mode de traitement 92
Figure 78 : Variation du degré de blanc en fonction du mode de traitement et de la durée d'exposition 93
Figure 79 : Variation du degré de blanc en fonction du mode de traitement et de la durée d'exposition 94
Figure 80 et 81 : Photo du tissu teint et coupe transversale des fibres de laine teints avec le Floxine erio 2 GN à 200% par micro-onde 96
Figure 82 : Coton teint avec le bleu cibacrone CR, polyester teint avec le rouge foron RD et les deux types de fibres teintes 98
Figure 83 : Colrimétre Spectraflash ® SF 600 plus 103
Figure 84 : Illustration de la notion d'unisson 105
Figure 85 : Analyse DCS du tissu en PET 106
Figure 86 : formule du CI disperse blue 56 107
Figure 87 : formule du CI disperse red82 107
Figure 88 : formule du CI disperse blue 79 107
Figure 89 : Migration des colorants en fonction de la température 108
Figure 90 : K/Smax en fonction de la température de migration (essai réalisés sur Fixotest) pour es trois colorants dispersés 109
Figure 91 : Courbe DSC du colorant bleu avec une vitesse de chauffe de 10°C par minute 109
Figure 92 : Courbe DSC du colorant rouge avec une vitesse de chauffe de 10°C par minute 110
Figure 93 : Courbe DSC du colorant rouge avec une vitesse de chauffe de 10°C par minute 110
Figure 94 : Effets des micro-ondes sur la température de sublimation des colorants 111
Figure 95 : Conduite de teinture du polyester en utilisant soit un dépouillement alcalin classique, soit le cyclanon éco [111] 113
Figure 96 : foulard de laboratoire Mathis 113
Figure 97 : Rame de laboratoire Mathis 114
Figure 98 : K/S en fonction de la longueur d'onde pour les standards servant à déterminer λmax pour le colorant rubine dianix SE-B 115
Figure 99 : K/S en fonction de la longueur d'onde pour les standards servant à déterminer λmax pour le colorant Marine dianix S-2G 115
Figure 100 : K/S en fonction de la longueur d'onde pour les standards servant à déterminer λmax pour le colorant Bleu dianix E-R 115
Figure 101 : Equation des courbes d'étalonnage pour le dosage des colorants dans les bains 117
Figure 102 : K/S en fonction de la concentration en colorant dans la fibre 118
Figure 103 : K/S en fonction de la concentration en colorant dans la fibre 118
Figure 104 : K/S en fonction de la concentration en colorant dans la fibre 118
Figure 105 : K/S en fonction de la longueur d'onde et K/S à λmax pour six teintures identique avec le rubine dianix SEB 120

Figure 106 : Tissu de PET teint avec le marine dianix S-2G par le procédé micro-onde 121
Figure 107 : Coupes microscopiques des fibres de polyester teintes (A) avec le colorant bleu, (B) avec le colorant rouge et (C) avec le colorant marine 121
Figure 108 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 150°C 124
Figure 109 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 170°C 124
Figure 110 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 190°C 124
Figure 111 : Evolution du taux d'humidité du tissu en fonction du temps à 210°C 124
Figure 112 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 150°C avec le colorant bleu 126
Figure 113 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 170°C avec le colorant bleu 126
Figure 114 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 190°C avec le colorant bleu 126
Figure 115 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 210°C avec le colorant bleu 126
Figure 116 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 150°C avec le colorant rouge 128
Figure 117 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 170°C avec le colorant rouge 128
Figure 118 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 190°C avec le colorant rouge 128
Figure 119 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 210°C avec le colorant rouge 128
Figure 120 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 150°C avec le colorant marine 130
Figure 121 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 170°C avec le colorant marine 130
Figure 122 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 190°C avec le colorant marine 130
Figure 123 : K/Smax en fonction du temps pour la teinture à 210°C avec le colorant marine 130
Figure 124 : les temps de séchage et de latence du tissu teint avec les différents colorants en fonction de la température, du mode de traitement et de la puissance micro-onde 132
Figure 125 : l'évolution du K/Smax en fonction du temps de traitement pour le colorant bleu dianix E-R 150% sur le pilote micro-onde sans émission de micro-onde 133
Figure 126 : Evolution du K/S en fonction du temps de traitement sur le pilote de laboratoire pour le colorant bleu sous une puissance micro-onde émise de 0 W 133
Figure 127 : Evolution du K/S en fonction du temps de traitement sur le pilote de laboratoire pour le colorant bleu sous une puissance micro-onde émise de 1200 W 134
Figure 128 : la colorant bleu sur pilote de laboratoire avec 0 W dans une cinétique de premier ordre 135
Figure 129 : la colorant bleu sur pilote de laboratoire avec 1200 W dans une cinétique de premier ordre 135
Figure 130 : Valeurs de la constante de vitesse k et de l'énergie d'activation pour le colorant bleu 135
Figure 131 : Valeurs de la constante de vitesse k et de l'énergie d'activation pour le colorant rouge 136
Figure 132 : Valeurs de la constante de vitesse k et de l'énergie d'activation pour le colorant marine 136
Figure 135 : Variation du K/Smax en fonction de $\sqrt{(t)}$ pour le colorant bleu sur le pilote micro-onde sans ajout de micro-ondes 138
Figure 136 : Diffusion du colorant bleu dans le PET sur le pilote micro-onde sans ajout de micro-onde en fonction de $\sqrt{(t)}$ 138
Figure 137 : Valeurs de pente a de la droite K/Smax=($\sqrt{(t)}$) qui est proportionnel au coefficient de diffusion D pour le colorant bleu 139
Figure 138 : Valeurs de pente a de la droite K/Smax=($\sqrt{(t)}$) qui est proportionnel au coefficient de diffusion D pour le colorant rouge 139
Figure 139 : Valeurs de pente a de la droite K/Smax = ($\sqrt{(t)}$) qui est proportionnel au coefficient de diffusion D pour le colorant marine 140
Figure 140 : Valeurs de la constante de vitesse k et de $a = c.\sqrt{(D)}$ en fonction des différents paramètres de teinture pour les trois colorants 142
Figure 141 : Température de sublimation des trois colorants selon trois méthodes différente de mesure et action des micro-ondes sur la migration du colorant 144
Figure 142 : Temps de latence en fonction de la température et de la puissance micro-onde 144
Figure 143 : Piégeage d'une bulle de vapeur d'eau à la surface du polyester 146

Utilisation des micro-ondes dans l'ennoblissement textile

Résumé :

L'ennoblissement textile est très consommateur en eau et produits auxiliaires qui conduisent à une forte charge polluante de ses rejets. Ainsi, plusieurs études ont été menées au cours des années 70 et 80 pour introduire la technologie micro-onde et réduire la pollution, mais peu d'entre elles ont abouti à un développement industriel. Depuis une dizaine d'années maintenant on constate un regain d'intérêt pour la technologie micro-onde en particulier dans le domaine de la chimie. En effet, l'utilisation des micro-ondes permet d'avoir des réactions chimiques plus rapides, des stéréochimies intéressantes et parfois même de travailler sans solvant.

Le but de ces travaux est d'étudier dans un premier temps la faisabilité de l'utilisation d'un procédé mixte chauffage conventionnel / micro-onde pour l'ennoblissement textile et de mettre au point un pilote de laboratoire. Le dispositif a été conçu et optimisé en s'appuyant sur l'ennoblissement à différentes étapes (préparation, teinture, post-traitements) de différentes matières textile (laine, coton, polyester,..). Dans un second temps, nous avons essayé de comprendre plus précisément les effets des micro-ondes sur la teinture du polyester. Pour ce faire nous avons étudié les cinétiques de teinture et de diffusion de trois colorants dispersés de tailles et de températures de sublimation différentes.

L'utilisation des micro-ondes pour les traitements d'ennoblissement permet de diminuer les temps et les températures de traitement ainsi que de limiter fortement l'ajout de produits auxiliaires textiles. Avec les micro-ondes, les cinétiques de teinture et de diffusion du colorant dans la fibre sont accélérées. Les essais montrent que les micro-ondes agissent particulièrement sur l'eau et les colorants, la fibre polyester étant peu polaire. Des hypothèses sont formulées pour expliquer les effets. Ainsi les micro-ondes compenseraient rapidement le refroidissement provoqué par l'évaporation de l'eau et la sublimation des colorants, permettant d'augmenter ainsi les vitesses de teintures. On constate une diminution de l'énergie d'activation de la diffusion du colorant dans la fibre : Des effets spécifiques des micro-ondes seraient également mis en jeu.

Mots-clés : micro-ondes, ennoblissement textile, faisabilité, teinture, polyester, cinétique

The use of microwaves for textile treatments

Abstract:

The textile ennoblement is very consumer out of water and auxiliaries which lead to a strong polluting load of its rejections. Thus, several studies were undertaken during the Seventies and Eighties to introduce microwave technology and to reduce pollution, but little of them led to an industrial development. Since ten years now one notes in particular a renewed interest for the microwave technology in the field of chemistry. Indeed, the use of the microwaves makes it possible to have faster chemical reactions, interesting stereochemistry's and sometimes even to work without solvent.

The goal of this work is initially to study the feasibility of the use of a mixed process conventional heating/microwaves for the textile ennoblement and to develop a laboratory pilot. The device was designed and optimized while being based on the ennoblement with various stages (preparation, dyeing, post-processing) of various textile materials (wool, cotton, polyester.). In the second time, we tried more precisely to understand the effects of the microwaves on the dyeing of polyester. With this intention we studied the kinetics of dyeing and diffusion of three dispersed dyes of different sizes and sublimation temperature.

The use of the microwaves for the textile treatments makes it possible to decrease the temperatures and the duration of the treatments and also to strongly limit the addition of textile auxiliaries. With the microwaves, the kinetics of dyeing and diffusion of the dye in fibre are accelerated. The tests show that the microwaves act particularly on water and dyes, the polyester fiber being not very polar. Assumptions are made to explain the effects. Thus the microwaves would quickly compensate for the cooling caused by the evaporation of water and the sublimation of the dyes, making it possible to increase speeds of dyeing. One notes a reduction in the energy of activation of the diffusion of the dye in fibre: Specific effects of the microwaves would be also concerned

Key-words: microwaves, textile ennoblement, feasibility, dyeing, polyester, kinetics

Laboratoire GeMTex – ENSAIT
Génie et Matériaux Textiles – Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles
2 allée Louise et Victor Champier BP 30329 59056 ROUBAIX CEDEX 1

Bibliothèque Universitaire de Valenciennes
00900557