



## (12) FASCICULE DE LA DEMANDE A3 (11)

613 332 G

- (21) Numéro de la demande: 14591/77  
(61) Additionnel à:  
(62) Demande scindée de:  
(22) Date de dépôt: 29. 11. 1977  
(30) Priorité: France, 30. 11. 1976 (76.36005)  
  
(42) Demande publiée le:  
(44) Fascicule de la demande publiée le: 28. 09. 1979  
  
(71) Requérant: Rhône-Poulenc Industries, Paris (France)  
  
(74) Mandataire: Kirker & Cie, Genève  
(72) Inventeur: Jean-Claude Delaval, Lyon, et Joseph Stagnetto, Oullins (France)

(56) Rapport de recherche au verso

## (54) Procédé de lubrification du fil à coudre par imprégnation en bains aqueux contenant des polymères organosiliciques

- (57) Les bobines du fil à coudre sont imprégnées, à la température ambiante, par des bains aqueux contenant en dispersion de 6 à 20% en poids de polymères organosiliciques, sont essorées de manière à retenir de 25 à 70% de leur poids des bains aqueux, puis sont séchées jusqu'à disparition de l'eau absorbée.  
L'imprégnation est réalisée après la teinture, dans l'appareil de teinture même.  
Ce procédé permet d'obtenir un revêtement homogène du lubrifiant organosilicique.



# RAPPORT DE RECHERCHE

## RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No :  
 Patentgesuch Nr. :

14591/77

I.I.B. Nr.:

HO 12 969

Documents considérés comme pertinents  
 Einschlägige Dokumente

Catégorie Kategorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes. Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile	Revendications concernées Betrifft Anspruch Nr.
	<u>FR - A - 1 331 599 (ICI)</u> * page 2, colonne 2, alinéa 1 à page 5, colonne 1, exemple 1 *	1,2,4,5
	<u>FR - A - 1 552 577 (DOW CORNING)</u> * page 1, colonne 1, alinéa 2 à page 3, colonne 2, alinéa 1 *	1,4
	<u>GB - A - 823 048 (MAIFOSS)</u> * page 1, lignes 22 à 29; page 2, ligne 87 à page 3, ligne 7 *	1

Domaines techniques recherchés  
 Recherchierte Sachgebiete  
 (INT. CL.<sup>2</sup>)

C 10 M 1/08  
 D 06 M 15/66

Catégorie des documents cités  
 Kategorie der genannten Dokumente:  
 X: particulièrement pertinent  
 von besonderer Bedeutung  
 A: arrière-plan technologique  
 technologischer Hintergrund  
 O: divulgation non-écrite  
 nichtschriftliche Offenbarung  
 P: document intercalaire  
 Zwischenliteratur  
 T: théorie ou principe à la base de  
 l'invention  
 der Erfindung zugrunde liegende  
 Theorien oder Grundsätze  
 E: demande faisant interférence  
 kollidierende Anmeldung  
 L: document cité pour d'autres raisons  
 aus andern Gründen angeführtes  
 Dokument  
 &: membre de la même famille, document  
 correspondant  
 Mitglied der gleichen Patentfamilie;  
 übereinstimmendes Dokument

### Etendue de la recherche/Umfang der Recherche

Revendications ayant fait l'objet de recherches  
 Recherchierte Patentansprüche:

ensemble

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches  
 Nicht recherchierte Patentansprüche:

Raison:  
 Grund:

Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche

Examinateur I.I.B./I.I.B Prüfer

----- 20 octobre 1978 -----

## REVENDICATIONS

1. Procédé de lubrification du fil à coudre par traitement du fil bobiné en bains aqueux, dans les appareils de teinture, après la phase de teinture, caractérisé en ce que les bobines du fil à coudre:

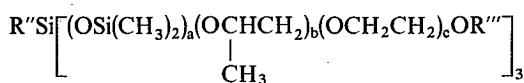
- i) sont imprégnées à la température ambiante par des bains aqueux contenant en dispersion de 6 à 20% en poids de polymères organosiliciques
- ii) sont essorées de manière à retenir de 25 à 70% de leur poids des bains aqueux
- iii) sont séchées jusqu'à disparition de l'eau absorbée.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les bobines du fil à coudre sont imprégnées de bains aqueux contenant en dispersion de 7 à 18% en poids de polymères organosiliciques.

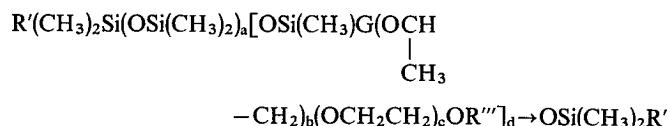
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les bobines du fil à coudre sont essorées de manière à retenir de 28 à 67% de leur poids des bains aqueux.

4. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les polymères organosiliciques sont choisis parmi les diorganopolysiloxanes bloqués à chaque extrémité de leur chaîne par un groupe hydroxyle, alcoxy ayant de 1 à 4 atomes de carbone, triorganosiloxyle, les radicaux organiques liés aux atomes de silicium des diorganopolysiloxanes étant des radicaux hydrocarbonés, constitués de 1 à 18 atomes de carbone, substitués ou non par des atomes d'halogène, des groupes amino, des groupes cyano.

5. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les polymères organosiliciques sont choisis parmi les copolymères à blocs du type diméthylpolysiloxane/polyéther répondant à la formule générale:



ou à la formule générale



dans lesquelles le symbole R' représente un radical méthyle, éthyle, vinyle, phényle; le symbole R'' représente un radical méthyle, éthyle; le symbole R''' représente un atome d'hydrogène, un radical méthyle, éthyle, propyle, butyle, le radical acétyle; le symbole G représente un groupe alcoylène ayant de 1 à 4 atomes de carbone; le symbole a représente un nombre quelconque allant de 5 à 180; le symbole b représente un nombre quelconque allant de 3 à 50; le symbole c représente 0 ou un nombre quelconque ne dépassant pas 40, étant entendu que, pour c non nul, la somme b+c s'étale de 8 à 70 et le rapport b/c est supérieur à 0,2; le symbole d représente un nombre quelconque allant de 1 à 50.

La présente invention se rapporte à un procédé amélioré de lubrification du fil à coudre, à l'aide de polymères organosiliciques, par imprégnation en bains aqueux.

Il est connu de traiter le fil à coudre par des polymères organosiliciques dans le dessein d'éliminer ou d'abaisser les frottements se produisant sur les machines à coudre à haute vitesse. Les techniques mises en œuvre pour ce traitement sont multiples; ainsi, on peut citer l'ensimage au galet, la pulvérisation (les polymères organosiliciques, projetés sur le fil, étant utilisés purs ou dilués), l'immersion dans des bains contenant, comme diluants, de l'eau et/ou des solvants organiques (brevet américain N° 2698817, brevet français N° 1153373, demandes allemandes publiées N°s 1801325, 2161813 et 2162417).

Pour les utilisateurs (ou fabricants) de fils, disposant d'un appareil de teinture, il est très pratique d'effectuer le traitement par circulation de bains aqueux à l'intérieur de cet appareil.

Le mode opératoire suivi est analogue à celui employé pendant la phase de teinture: dans l'appareil de teinture, qui contient alors, sous forme de bobines encore imbibées de l'eau de rinçage, le fil venant d'être teint, des dispersions aqueuses de polymères organosiliciques - portées à une température appropriée, habituellement de l'ordre de 60 à 80°C, et ajustées à une valeur de pH bien définie, habituellement de l'ordre de 6 à 7,5 - sont injectées alternativement dans le sens zone interne des bobines - zone externe des bobines et dans le sens inverse. Cette circulation du liquide des dispersions est effectuée pendant la durée nécessaire au dépôt sur le fil des copolymères organosiliciques. Les bobines sont ensuite mises à sécher.

Un tel traitement est dit substantif; il se caractérise par l'épuisement de la majeure partie des polymères organosiliciques introduits dans les dispersions aqueuses. Cette technique possède des avantages évidents par rapport aux techniques plus anciennes telles que l'ensimage au galet puisqu'il faut, dans ce dernier cas, dès la fin de la phase de teinture, sécher le fil sur les bobines, le débobiner et le rebobiner après ensimage.

Dans le traitement substantif, ces contraintes ont donc disparu. Cependant, des améliorations demandent à y être apportées car le déroulement du mode opératoire exige un réglage rigoureux du pH et du chauffage des dispersions; en outre, l'épuisement des polymères organosiliciques, présents dans les dispersions, ne dépasse guère en poids 80 à 90% des quantités engagées. Enfin le dépôt des polymères dans la masse des bobines n'est pas toujours homogène.

Au lieu d'effectuer la lubrification du fil par traitement substantif, dans les appareils de teinture, après la phase de teinture, il est possible de l'effectuer en même temps que la teinture en incorporant les polymères organosiliciques aux bains de teinture contenant les colorants (demande française publiée N° 2076039); toutefois, ce processus ne peut être généralisé à toutes les familles de colorants du fait que les polymères organosiliciques, à fort caractère hydrophobe, perturbent non seulement la stabilité des bains de teinture, mais aussi l'accrochage des colorants sur le fil.

On a décrit dans le brevet français N° 1331599 l'emploi de copolymères de siloxanes et d'oxyalcoylènes comme agents d'étalement de produits lubrifiants pour fibres. Ces produits siliciés sont donc déposés en faible quantité à raison d'au plus  $2\% \times 0,3 = 0,6\%$  du poids des matières textiles (cf. p. 2, colonne de gauche, 2<sup>e</sup> et 3<sup>e</sup> paragraphes). En outre, le liquide aqueux supportant l'ensemble des adjuvants est éliminé uniquement par séchage. Il convient donc de trouver un procédé permettant de déposer une quantité suffisante de produits lubrifiants et à une cadence de préparation plus rapide.

On trouve également décrit dans le brevet français N° 1552577 l'emploi de copolymères de siloxanes à radicaux alcyles spéciaux et d'oxyéthylène comme additif à des huiles minérales lubrifiantes pour fibres textiles. Cette addition améliore la lubrification et surtout facilite l'élimination des huiles minérales qui ne doivent pas rester sur les fibres après les opérations industrielles de tissage et de tricotage. Il est souhaitable de trouver un procédé de lubrification permanente du fil afin, par exemple, de faciliter son utilisation ultérieure dans une machine à coudre.

Le brevet britannique N° 823048 a pour objet le traitement de tissus à l'aide de produits de condensation acides sulfoniques aromatiques/formaldéhyde et de polysiloxanes hydrofugés à une température minimale de 65°C (150°F) et à un pH compris entre 2 et 5 afin d'éliminer le boulochage (pilling). Ce traitement à température relativement élevée ne permet pas d'obtenir une lubrification satisfaisante; en outre, le milieu acide ne convient pas à tous les textiles.

La présente invention se propose donc d'améliorer les procédés antérieurs de lubrification du fil à coudre; à cette fin, elle a pour objet un procédé de traitement du fil à coudre bobiné, en bains

aqueux, à l'aide de polymères organosiliciques, dans l'appareil de teinture, après la phase de teinture, caractérisé en ce que les bobines du fil à coudre:

- i) sont imprégnées à la température ambiante par des bains aqueux contenant en dispersion de 6 à 20% en poids de polymères organosiliciques
- ii) sont essorées de manière à retenir de 25 à 70% de leur poids des bains aqueux
- iii) sont séchées jusqu'à disparition de l'eau absorbée.

Les polymères organosiliciques, dispersés dans les bains aqueux, peuvent être choisis parmi les polymères habituellement utilisés pour la lubrification des fibres naturelles ou synthétiques.

Plus précisément, ces polymères comprennent des diorganopolysiloxanes linéaires A bloqués aux extrémités de leur chaîne par des groupes hydroxyles, alcoxyles inférieurs ayant de 1 à 4 atomes de carbone, triorganosiloxyles. Ces diorganopolysiloxanes peuvent être des homopolymères ou des copolymères de degré de polymérisation variable; ainsi, leur viscosité peut s'étaler de 50 cPo à 25°C à 10 millions de cPo à 25°C.

Ils sont constitués d'une succession de motifs diorganosiloxyles de formule  $R_2SiO$ ; cependant la présence, à raison d'au plus 2% par rapport à ces motifs, de motifs organosiloxyles de formule  $RSiO_{1.5}$  et/ou de motifs siloxyles de formule  $SiO_2$ , n'est pas exclue.

Les groupes organiques R liés aux atomes de silicium de ces polymères sont généralement choisis parmi les radicaux hydrocarbonés ayant de 1 à 18 atomes de carbone, ces radicaux pouvant être substitués par des atomes d'halogène, des groupes amino, cyano.

Comme exemple de radicaux hydrocarbonés liés aux atomes de silicium, peuvent être cités:

- des radicaux alcoyles ayant de 1 à 18 atomes de carbone tels que le radical méthyle, éthyle, propyle, butyle, hexyle, éthyl-2 hexyle, octyle, décyle, dodécyle, tétradécyle, pentadécyle, octadécyle,
- des radicaux alcényles ayant de 2 à 4 atomes de carbone tels que le radical vinyle, allyle, butène-2 yle,
- des radicaux cycloalcoyles ayant de 5 à 8 atomes de carbone tels que le radical cyclopentyle, cyclohexyle, méthylcyclohexyle, diméthylcyclohexyle,
- des radicaux aryles à un seul noyau nucléaire, ayant de 6 à 10 atomes de carbone, tels que le radical phényle, tolyle, xylyle, phényl-2 éthyle, phényl-2 propyle.

Comme exemple de radicaux hydrocarbonés substitués, peuvent être cités: le radical trifluoro-3,3,3 propyle, le radical chloro-cyclohexyle, le radical chlorophényle, le radical amino-3 propyle, le radical N-(amino-2 éthyl)amino-3 propyle, le radical cyano-2 éthyle, le radical cyano-3 propyle.

Comme exemple de radicaux alcoxyles inférieurs bloquant les extrémités des chaînes des diorganopolysiloxanes, peuvent être cités: le radical méthoxyle, éthoxyle, propoxyle, isopropoxyle, n-butoxyle, tertibutoxyle.

La plupart des diorganopolysiloxanes A sont disponibles chez les fabricants de silices; par ailleurs, ils peuvent être fabriqués en suivant les modes opératoires décrits dans la littérature chimique.

Ainsi, à titre indicatif, on trouve des renseignements ayant trait à la préparation:

- des diorganopolysiloxanes bloqués à chaque extrémité de leur chaîne par un groupe hydroxyle, dans les brevets français N°s 1134005, 1198749, 1226745, 1276619, 1278281;
- des diorganopolysiloxanes bloqués à une extrémité de leur chaîne par un groupe alcoxyde et à l'autre extrémité par un groupe hydroxyle ou alcoxyde, dans les brevets français N°s 938292, 1116196, 1575758;
- des diorganopolysiloxanes bloqués à une extrémité de leur chaîne par un groupe triorganosiloxyle et à l'autre extrémité par un groupe hydroxyle ou triorganosiloxyle, dans les brevets français N°s 979058, 1025150, 1108764, 1370884, 1499845, 1570102, 1570178.

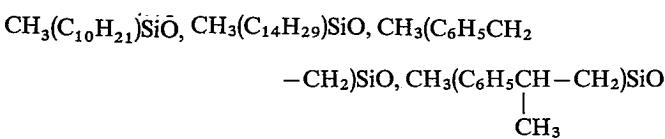
Parmi les diorganopolysiloxanes A d'accès facile, peuvent être cités ceux portant des radicaux organiques choisis dans le groupe constitué des radicaux méthyles, éthyyles, propyles, vinyles, phényles, au moins 40% de la totalité de ces radicaux étant des radicaux méthyles.

A titre illustratif de diorganopolysiloxanes de ce type, peuvent être cités:

- des diméthylpolysiloxanes bloqués à chaque extrémité de leur chaîne par un groupe triméthylsiloxyle, hydroxyle ou méthoxyle,
- des méthylphénylpolysiloxanes bloqués à chaque extrémité de leur chaîne par un groupe triméthylsiloxyle, phényldiméthylsiloxyle, hydroxyle, méthoxyle ou éthoxyle.

Les méthylphénylpolysiloxanes sont formés de motifs choisis parmi ceux de formules  $(CH_3)_2SiO$ ,  $(CH_3)(C_6H_5)SiO$ ,  $(C_6H_5)_2SiO$ ; ils renferment au moins l'un des deux derniers motifs cités.

A titre illustratif de diorganopolysiloxanes A d'accès moins aisés que ceux venant d'être mentionnés, peuvent être cités les diorganopolysiloxanes constitués, tout au long de leur chaîne, d'une combinaison de motifs choisis parmi les motifs de formules

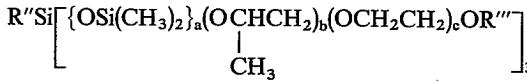


chaque extrémité de leur chaîne étant bloquée de préférence par un motif de formule  $(CH_3)_3SiO_{0.5}$ .

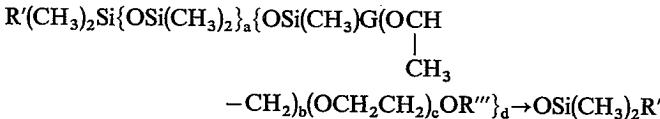
Il doit être compris que les diorganopolysiloxanes A peuvent être utilisés, selon le procédé conforme à l'invention, sous la forme de mélanges de polymères de viscosités différentes. Ainsi, comme indiqué dans le brevet américain N° 3896032, conviennent des mélanges comprenant en poids de 10 à 75% d'un diméthylpolysiloxane de viscosité 20 à 200 cPo à 25°C, de 10 à 50% d'un diméthylpolysiloxane de viscosité 1000 à 30000 cPo à 25°C et de 20 à 80% d'un diméthylpolysiloxane de viscosité 201 à 999 cPo à 25°C.

En dehors des diorganopolysiloxanes A peuvent être utilisés des copolymères à blocs comprenant en poids de 8 à 35% de blocs polycarbonates et de 65 à 92% de blocs diméthylpolysiloxaniques; les blocs polycarbonates renferment, de préférence, de 2 à 4 enchaînements de formule  $(C_6H_4 - C(CH_3)_2 - C_6H_4 - OCOO)$  et les blocs diméthylpolysiloxaniques renferment en moyenne de 15 à 90 motifs diméthylsiloxyles. La préparation et la description de ces copolymères à blocs figurent dans le brevet américain N° 3844826.

D'autres types de copolymères à blocs conviennent également; ce sont des copolymères du type diméthylpolysiloxane/polyéther répondant à la formule générale F<sub>1</sub>:



ou à la formule générale F<sub>2</sub>:



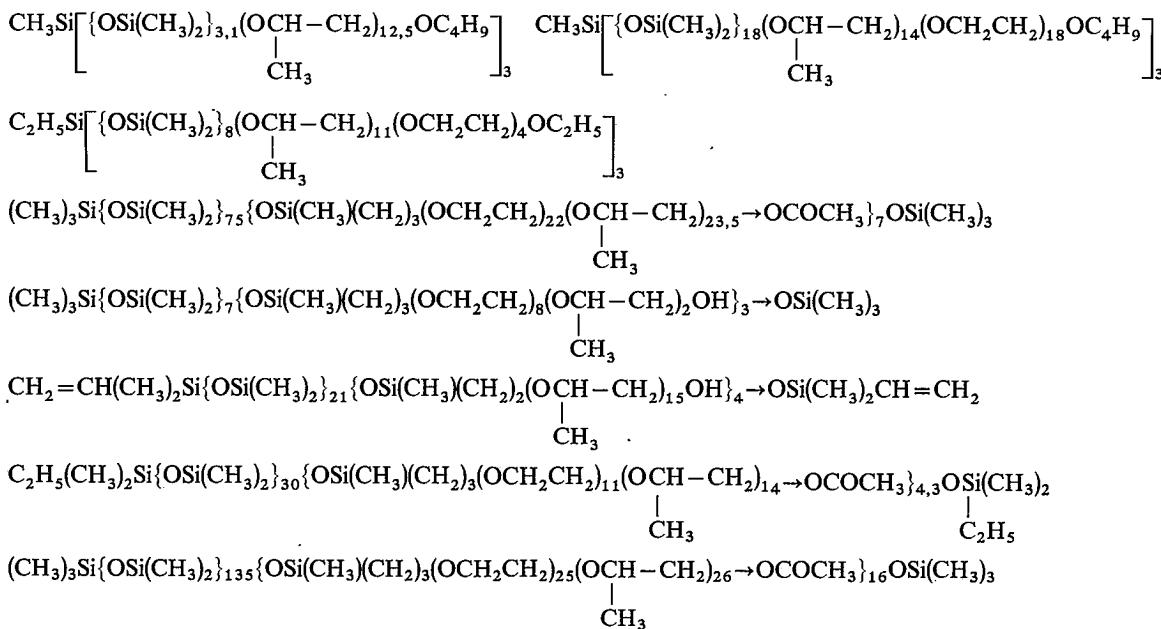
dans lesquelles le symbole R' représente un radical méthyle, éthyle, vinyle, phényle; le symbole R'' représente un radical méthyle, éthyle; le symbole R''' représente un atome d'hydrogène, un radical méthyle, éthyle, propyle, butyle, le radical acétyle; le symbole G représente un groupe alcoylène ayant de 1 à 4 atomes de carbone; le symbole a représente un nombre quelconque allant de 5 à 180; le symbole b représente un nombre quelconque allant de 3 à 50;

le symbole c représente 0 ou un nombre quelconque ne dépassant pas 40 (étant entendu que, pour c non nul, la somme b+c s'étale de 8 à 70 et le rapport b/c est supérieur à 0,2); le symbole d représente un nombre quelconque allant de 1 à 50.

Ces copolymères se présentent à l'état liquide à la température ambiante et leur viscosité s'étale le plus souvent de 200 cPo à 100000 cPo à 25°C. Leur préparation est bien connue, elle est décrite d'une façon détaillée, pour les copolymères de formule F<sub>1</sub>, par exemple dans les brevets français N°s 1175305, 1327546,

1330956, 1486749 et, pour les copolymères de formule F<sub>2</sub>, par exemple dans les brevets français N°s 1125436, 1135290, 1323121.

La plupart de ces copolymères sont disponibles dans le commerce. A titre d'exemples concrets, sont indiqués ci-après, au moyen de leurs formules, des copolymères utilisables:



L'utilisation des seuls polymères organosiliciques conduit à de bons résultats de lubrification du fil à coudre; toutefois, l'adjonction d'autres matériaux non organosiliciques est parfois souhaitable pour renforcer cette lubrification. A cette fin, des produits organiques synthétiques ou naturels peuvent être ajoutés à raison d'au plus 40% du poids des polymères organosiliciques. Comme produits de ce type, peuvent être cités des polyéthylènes, propylènes et butylènes cireux, les cires d'abeilles, les paraffines.

Les polymères organosiliciques ne sont généralement pas solubles dans l'eau, excepté ceux portant des quantités appropriées de groupes amino ou polyaminoalcoyles ainsi que ceux du type copolymères à blocs diméthylpolysiloxane/polyéther à fort caractère hydrophile; ils sont donc introduits dans les bains aqueux le plus souvent sous forme d'émulsions aqueuses.

Pour préparer ces émulsions, on opère selon les techniques connues: par exemple, on envoie dans un broyeur à colloïdes les polymères organosiliciques, des agents émulsifiants et de l'eau; à la sortie du broyeur, on recueille des émulsions plus ou moins épaisses que l'on peut diluer par addition d'eau. Il est toutefois nécessaire que ces émulsions aqueuses renferment des quantités assez importantes de polymères organosiliciques; en effet, les bains aqueux de traitement, formés à partir de ces émulsions, doivent renfermer de 6 à 20% en poids de polymères, ce qui représente, relativement, une concentration élevée. Aussi est-il judicieux de préparer des émulsions renfermant au moins 20% de polymères organosiliciques, de préférence au moins 30%, la limite supérieure étant fonction de la nature des polymères et des agents émulsifiants mis en œuvre; elle ne dépasse pas généralement 70%.

Les agents émulsifiants mis en œuvre pour la préparation de ces émulsions sont de préférence des substances tensio-actives cationiques qui comprennent généralement des sels d'amines aliphatiques, des sels d'ammoniums quaternaires et des sels de pyridiniums, sels dans lesquels l'atome d'azote porte au moins une chaîne hydrocarbonée d'au moins 8 atomes de carbone; peuvent être cités également les sels d'amidoamines et d'esteramines.

En dehors de ces substances cationiques, peuvent être employées, à un moindre degré, des substances tensio-actives non ioniques comme les monoéthers alcoylphényles ou alcoviques

de polyalcoylèneglycols, les amides d'acides gras polyoxyéthylénés, les divers types d'alcools polyvinylques.

Il est recommandé d'utiliser les agents émulsifiants à raison de 35 2 à 15% par rapport au poids de l'ensemble des matériaux lubrifiants mis en œuvre. Outre ces agents émulsifiants, peuvent être introduits dans les émulsions divers additifs tels que des agents antistatiques, des stabilisants, des produits antigel.

Les émulsions aqueuses sont ensuite diluées, de préférence au moment de leur utilisation pour le traitement de lubrification du fil à coudre, par addition d'eau jusqu'à obtention de bains aqueux ayant la concentration désirée en polymères organosiliciques. Comme déjà indiqué, cette concentration représente 6 à 20%, de préférence 7 à 18% du poids des bains.

45 Ces bains aqueux peuvent être également préparés par introduction des émulsions dans de l'eau préalablement chargée dans les appareils de teinture. Ces appareils contiennent des supports adéquats sur lesquels sont enfilées les bobines du fil à traiter; ils comportent en outre un système de canalisations et de pompes pour faire circuler les bains alternativement de la zone interne des bobines vers leur zone externe et en sens inverse, c'est-à-dire de la zone externe des bobines vers leur zone interne.

Une fois que les bains aqueux sont présents dans les appareils de teinture, le traitement d'imprégnation est rapidement effectué.  
55 Ce traitement, réalisé à la température ambiante, c'est-à-dire une température généralement comprise entre 15 et 30°C, dure généralement une dizaine de minutes, période pendant laquelle le liquide des bains circule au travers des bobines.

Après cette période d'imprégnation les bobines sont retirées des bains, placées dans des essoreuses et essorées. Selon une autre technique, qui peut être mise en œuvre lorsque les axes supportant les bobines sont solidaires d'un dispositif tournant à haute vitesse, les bains sont évacués et les bobines essorées sur place.

Dans tous les cas, l'essorage est réalisé de manière à laisser sur les bobines, par rapport à leur poids à l'état sec et non traité, 25 à 70% de bains aqueux, de préférence 28 à 67%. Ensuite, les bobines sont séchées par des moyens connus, par exemple par abandon dans une étuve ventilée portée à une température comprise entre

50 et 100°C, ou plus aisément par pulsion d'air chauffé à une température comprise entre 80 et 130°C.

Il résulte, en fonction de la concentration des polymères organosiliciques introduits dans les bains ainsi que des quantités de liquide des bains restant dans les bobines après essorage, que le fil est imprégné (par rapport à son poids à l'état sec et non traité) de 1,5 à 14% de polymères organosiliciques, de préférence 1,9 à 12%.

Le revêtement, ainsi obtenu, de polymères organosiliciques sur le fil est parfaitement homogène; il assure au fil une excellente lubrification lors de son utilisation sur les machines à coudre fonctionnant à haute vitesse. En particulier cette homogénéité du revêtement favorise le glissement régulier du fil sur les tendeurs à disques; en outre, elle empêche l'échauffement excessif des aiguilles des machines lorsque celles-ci traversent de fortes épaisseurs de tissu; par ailleurs, elle limite le nombre de ruptures par fusion du fil lors des redémarrages fréquents des machines.

Une grande variété de fibres synthétiques (éventuellement en mélange avec des fibres naturelles telles que la laine, le coton, la soie) peut être traitée conformément au procédé de l'invention; on peut citer par exemple les fibres de polyamide, de polyester, de polyéthylène, de polyacrylonitrile, de polypropylène, de polyuréthane.

Les exemples suivants illustrent l'invention (les parties et les pourcentages sont exprimés en poids).

#### Exemple 1

On utilise un appareillage servant à la teinture de fils par épuisement. Cet appareillage comprend: 1) une enceinte d'une contenance de 300 l munie de canalisation et d'une pompe, et 2) un assemblage, logé dans l'enceinte, portant les bobines.

L'assemblage est lui-même constitué:

- d'un plateau horizontal de surface 4000 cm<sup>2</sup>
- d'un axe vertical disposé au centre du plateau
- de 4 axes verticaux à parois perforées, solidaires du plateau, disposés concentriquement, à égale distance les uns des autres, autour de l'axe central.

Sur chaque axe perforé sont enfilées 4 bobines d'un fil en fibres coupées de polytéraphthalate d'éthylène; ce fil, composé de 3 brins torsadés, présente une longueur de 100 m/g. Les bobines renferment chacune 850 g de fil sec, elles sont imprégnées d'eau (dans la proportion de 120% par rapport à leur poids à l'état sec) provenant de l'opération de rinçage après la teinture du fil en bleu azur.

D'autre part, on prépare une émulsion aqueuse Q par passage dans un broyeur à colloïdes d'un mélange comprenant:

- 55 parties d'une huile  $\alpha$ - $\omega$ -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique de viscosité 5000 cPo à 25°C;
- 2,5 parties d'un dioléate de triéthylènediamine N-substituée par un groupe aliphatic dérivant d'acides gras du suif;
- 2,5 parties d'une monoamine N-substituée par un groupe aliphatic dérivant d'acides gras de l'huile de noix de coco.

Ce mélange broyé est ensuite dilué par introduction de 40 parties d'eau. L'émulsion Q renferme donc 55% de polymères organosiliciques.

Dans l'enceinte de l'appareillage, on place 200 l d'un bain aqueux obtenu par dilution de 20 parties de l'émulsion Q avec 80 parties d'eau permutee. Le bain aqueux contient ainsi 11% de polymères organosiliciques.

A l'aide de la pompe, on fait circuler l'eau du bain pendant 3 mn dans le sens axe perforé des bobines-zone externe des bobines et, pendant 3 autres minutes, dans le sens inverse. Le bain est ensuite vidangé, les bobines sont sorties de l'appareillage, placées dans une essoreuse et essorées.

L'essorage est réalisé d'une manière telle que les bobines retiennent (par rapport à leur poids à l'état sec et non traité) 40% du bain aqueux, soit théoriquement 4,4% de l'huile  $\alpha$ - $\omega$ -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique. Les bobines sont finalement séchées par abandon dans une étuve ventilée pendant 24 h vers 80°C.

Des dosages de polymères organosiliciques exécutés sur plusieurs échantillons du fil des bobines montrent que ce fil retient, d'une façon homogène, sensiblement 4,3% de l'huile  $\alpha$ - $\omega$ -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique, le pourcentage de l'huile étant calculé par rapport au poids du fil pris à l'état sec et non traité.

A titre comparatif, on opère toujours dans l'appareillage précédent, mais on traite le fil en polytéraphthalate d'éthylène selon la technique d'épuisement utilisée pour la teinture; cette technique consiste à faire circuler les bains de teinture jusqu'à fixation la plus complète possible des colorants sur les fils.

Dans le cas présent, ce traitement est effectué en suivant le processus ci-après:

Les bobines étant placées sur leur axe perforé et de l'eau permutee étant introduite dans l'enceinte de l'appareillage (à raison de 10 parties pour 1 partie du fil, sec et non traité, des bobines), on porte l'eau à 60°C, puis ajoute l'émulsion Q en quantité suffisante pour former un bain aqueux contenant 10 g/l de cette émulsion (théoriquement 100 g du fil doivent fixer toute l'huile diméthylpolysiloxanique contenue dans 1000 g du bain, soit 5,5 g).

On règle le pH à 6,2, fait circuler le liquide du bain alternativement dans le sens zone interne des bobines - zone externe des bobines et dans le sens inverse et porte en une période de 10 mn la température du bain à 80°C. On maintient ensuite (outre la circulation du liquide du bain) la température de 80°C pendant 20 mn.

Les bobines sont ensuite essorées jusqu'à retenir moins de 50% de leur poids du bain aqueux et séchées par abandon dans une étuve ventilée pendant 24 h vers 80°C; les dosages de polymères organosiliciques dans le liquide du bain montrent que l'épuisement est de l'ordre de 85%; le fil a donc fixé seulement 4,7% de l'huile  $\alpha$ - $\omega$ -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique au lieu de théoriquement 5,5%.

Avec le fil traité, d'une part, selon le procédé d'imprégnation conforme à l'invention et, d'autre part, selon le procédé d'épuisement, on coud 6 couches superposées d'un tissu en coton (pesant 170 g/m<sup>2</sup>, du type toile croisée) au moyen d'une machine à coudre à haute vitesse. La machine utilisée effectue 6000 points/mn, elle fonctionne 1 mn, s'arrête 10 s et repart en suivant ce rythme. On détermine le nombre de ruptures pour 100 m de fil utilisés.

Sur le tableau ci-dessous sont rassemblées les caractéristiques des deux procédés mis en œuvre ainsi que le nombre de ruptures (un essai préalable de couture avec le fil non traité montre que la couture est impossible, le fil cassant au moins tous les mètres).

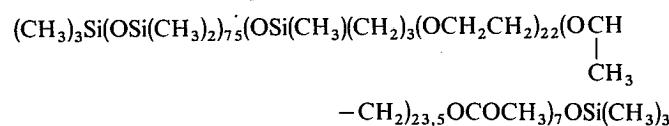
Procédé utilisé	Durée de traitement (mn)	Température de traitement (°C)	Nombre de ruptures pour 100 m de fil mis en œuvre sur la machine à coudre
Imprégnation (conforme à l'invention)	6	22	7
Épuisement	30	80	9

On constate que le traitement selon l'invention, outre qu'il exige peu de temps et s'effectue à la température ambiante, conduit à une meilleure lubrification du fil.

#### Exemple 2

On utilise l'appareillage décrit à l'exemple 1 et exécute le traitement d'imprégnation, du même fil de bobines que celui employé à l'exemple 1, avec un bain aqueux obtenu par mélange de 80 parties d'eau permutee avec 20 parties d'une dilution aqueuse d'un copolymère à blocs diméthylpolysiloxane/polyéther. Cette dilution est

constituée de 60% d'eau et de 40% du copolymère à blocs, de viscosité 2000 cPo à 25°C, répondant à la formule



Le bain aqueux renferme donc 8% du copolymère à blocs. Le traitement du fil est réalisé comme décrit à l'exemple 1 par circula-

tion du bain pendant 6 mn. L'essorage est ensuite effectué de manière à laisser sur les bobines (par rapport à leur poids à l'état sec et non traité) 50% du bain aqueux soit théoriquement 4% du copolymère à blocs. Les bobines sont ensuite séchées par pulsion d'air chauffé à 110°C.

On coud avec le fil ainsi traité 6 couches d'un tissu de coton (pesant 170 g/m<sup>2</sup>, du type toile croisée) au moyen de la machine à coudre indiquée à l'exemple 1. On constate que le nombre de ruptures pour 100 m de fil utilisés est de l'ordre de 8.