

.../...

de finissage anti-feutrage, à l'analyse des produits nocifs ainsi qu'à tous les aspects environnementaux. Des produits et des procédés innovants sont développés qui présentent pour l'industrie textile des avantages à la fois écologiques et économiques. Le traitement au plasma de la laine mais aussi d'autres fibres utilisées dans les textiles techniques en est un exemple. Un autre exemple de recherche textile innovante au DWI concerne la modification enzymatique des fibres ainsi que le traitement par les biotechnologies des effluents de l'industrie textile.

Partant de la recherche textile, le DWI a développé des technologies clés pour la modification des surfaces. Les compétences et savoir-faire, qui ont permis le développement de procédés high tech comme par exemple la technologie plasma, sont mises en œuvre dans divers



Essais comparatifs en laboratoire concernant l'influence des traitements enzymatiques sur la teinture de la laine

domaines. A côté de l'ennoblissement, les textiles techniques occupent une place de première importance. Par exemple : l'amélioration de l'adhésivité des fibres de renforcement de composites par traitement plasma, le développement de béton renforcé textile, l'optimisation de la résistance aux produits chimiques pour les textiles utilisés dans la filtration des gaz contenus dans les fumées ainsi que l'optimisation de la biocompatibilité des textiles médicaux.

Tous ces domaines bénéficient d'effets de synergie entre groupes de travail, réseaux et centres de compétences interdisciplinaires. De nombreux projets sont menés en coopération avec d'autres instituts de recherche européens avec le soutien financier de l'UE. De fréquents échanges d'étudiants favorisent la création de réseaux et les contacts personnels ainsi établis contribueront pour beaucoup dans l'avenir au développement d'un espace européen commun de recherche.

En conclusion la chimie textile est une spécialité intéressante qui ouvre de vastes possibilités d'application et des perspectives professionnelles variées y compris de carrière à l'international ■

Prof. Hartwig HÖCKER, DWI/ Deutsches Wollforschungsinstitut (Institut Allemand de la Laine)

RWTH (Rheinisch Westfälische Technische Hochschule) Aachen (Aix-la-Chapelle), RFA

Traduction : Christiane BILLAZ, Prof. Anne PERWUELS, Ho PHAN

## Dossier spécial

### LES FIBRES NANOCOMPOSITES : LA NOUVELLE VOIE POUR L'IGNIFUGATION TEXTILE ?



Eric DEVAUX

Les matériaux composites constitués d'une matrice polymère chargée par des fibres de renfort occupent aujourd'hui une place importante dans de nombreuses applications où des propriétés mécaniques améliorées sont recherchées. La mise en œuvre de ces matériaux peut toutefois être contrariée par la difficulté d'obtenir une imprégnation optimale des renforts par la matrice, et par l'éventuelle incompatibilité entre les deux matériaux. De ce fait, on peut constater une importante hétérogénéité des propriétés en divers points de la structure. Par ailleurs, le taux volumique de fibres renforçantes est la plupart du temps idéalement situé vers 50 %, ce qui oblige à optimiser leur dispersion au sein de la matrice. Ces composites "macroscopiques" tendent depuis une vingtaine d'années à être concurrencés par une nouvelle classe de matériaux dits nanocomposites.

Alors que les composites traditionnels utilisent des renforts à l'échelle macroscopique, les nanocomposites consistent en l'incorporation de charges nanométriques dans le polymère. Les principaux avantages de cette approche sont d'une part de s'affranchir des problèmes d'imprégnation, et d'autre part d'autoriser de très faibles taux de charges. Sur des matériaux isotropes, le gain de propriétés observé par l'ajout de ces charges est très significatif. La première génération de nanocomposites montrait ainsi au début des années 80 une augmentation sensible des caractéristiques mécaniques du polymère. C'est toutefois seulement en 1996 que l'on décèle l'intérêt des nanocomposites dans le domaine de l'ignifugation. Outre les faibles taux de charges nécessaires à une tenue au feu acceptable, les nanocomposites permettent de limiter considérablement la toxicité des produits de dégradation lors de la combustion, et offrent une résistance au lavage impossible à assurer avec les additifs ignifuges classiques. L'application des nanocomposites au textile fait l'objet d'investigations encore plus récentes malgré l'intérêt de nombreux industriels pour ce type de matériaux. Au sein du laboratoire GEMTEX, la mise en œuvre de nanocomposites sous forme de fils par filage en voie fondue a ainsi été abordée depuis 2000. L'objectif global est de démontrer la faisabilité de ce type de matériaux, et de caractériser l'apport des nanocharges en terme de tenue au feu, puis dans un deuxième temps d'évaluer le comportement mécanique de ces matériaux textiles hybrides.

#### L'APPLICATION DES NANOCOMPOSITES AU TEXTILE

Les premières études dans le domaine ont concerné la faisabilité de mise en œuvre et la caractérisation de fils nanocomposites à base de polyamide 6 chargé par une argile montmorillonite modifiée fournie par la société Southern Clay Products aux Etats-Unis. L'argile en question est constituée de feuillets susceptibles d'incorporer et d'orienter les macromolécules polymères entre deux plans. Le filage du polyamide 6 se déroule en deux étapes principales : dans un premier temps, des granules nanocomposites sont obtenus par extrusion bivis du polymère avec l'argile dispersée à un taux de 5 % en masse. La microscopie électronique à transmission a permis de vérifier dans un premier temps l'homogénéité de dispersion des charges dans le polymère, et

l'exfoliation de leurs feuillets constitutifs. Ces conditions sont en effet primordiales pour valider le concept de nanocomposite. Par ailleurs, la calorimétrie différentielle à balayage, la microscopie à force atomique et la résonance magnétique nucléaire ont fourni des informations majeures sur l'éventuelle filabilité ultérieure du matériau : l'état cristallin du polymère est ainsi considérablement modifié par l'ajout des nanocharges. Ces dernières forcent en effet les macromolécules environnantes à s'orienter préférentiellement dans une direction précise, l'exact objectif à atteindre lors du filage de fibres synthétiques. Le poste pilote de filage Spinboy 1 de la société Busschaert disponible à l'ENSAIT nous a dans un deuxième temps servi à la transformation des granules nanocomposites sous forme de fils.

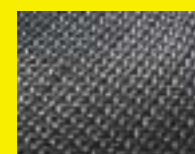


Pilote de filage en voie fondue Spinboy 1

Ces granules sont introduits dans une trémie qui alimente par gravité une monovis d'extrusion. Ceux-ci sont alors fondus et malaxés pour obtenir une matière suffisamment fluide sans dégradation du polymère entre 235 et 240° C. Le polymère chargé s'écoule ensuite au travers d'une filière, puis est refroidi, étiré et bobiné. Lors de nos essais, un taux d'étirage de 2,75 a ainsi été appliqué permettant d'obtenir un fil de titre 2000 dtex.

#### LES PREMIÈRES FIBRES NANOCOMPOSITES À BASE DE POLYAMIDE 6 ONT AINSI ÉTÉ OBTENUES AU LABORATOIRE EN 2001.

Une première mondiale ! A l'heure actuelle, les conditions de process doivent encore être améliorées. Il est en effet probable qu'en jouant sur le taux d'étirage, le taux de charge ou les conditions thermomécaniques d'extrusion, nous puissions obtenir un fil beaucoup plus fin avec des performances mécaniques accrues. En l'état, ces premières fibres ont été tricotées sur métier rectiligne en jauge 7. La texture utilisée est un point de Rome qui a permis d'obtenir une étoffe de masse surfacique 1020 g/m<sup>2</sup> et d'épaisseur 2,5 mm.



Tricot de polyamide 6 nanocomposite

Le comportement au feu de ces tricots a pu être évalué et comparé avec celui d'un tricot équivalent non nanocomposite. Le Centre de Recherche et d'Etudes sur les Procédés d'Ignifugation des Matériaux (CREPIM) à Bruay-la-Buissière nous a ainsi autorisé à réaliser des mesures en calorimétrie à cône. L'échantillon étant soumis à un flux de chaleur de 35 kW/m<sup>2</sup> correspondant à un début d'incendie, divers paramètres ont été évalués : temps d'inflammation, flux de chaleur dégagée, toxicité des gaz, chaleur totale dégagée, etc. ... Le flux de chaleur dégagée par exemple s'est révélé considérablement réduit par rapport au même tricot polyamide 6 non nanocomposite : d'une valeur de 400 kW/m<sup>2</sup> pour la référence, nous sommes passés à 250 kW/m<sup>2</sup> pour le tricot nanocomposite, soit une diminution de près de 40 %. Un résultat prometteur ! Et nous constatons toutefois que la marge de manœuvre reste encore importante : en observant visuellement nos tricots nanocomposites, il apparaît que de petites fibrilles font un effet de peluche à la surface du tricot. Sans doute ce phénomène est-il lié à un ensimage mal adapté qui entraîne trop de frottements à la surface du fil pendant sa fabrication. Un problème en réalité assez facilement soluble, mais qu'il sera important de traiter : la présence de ces fibrilles superficielles diminue en effet le temps d'inflammation de la structure textile nanocomposite par rapport au polyamide seul, même si le flux de chaleur dégagée est fortement diminué. On s'oriente donc en particulier vers la maîtrise de ce paramètre pour réaliser des fils nettement plus performants. Par ailleurs, d'autres questions se posent : peut-on raisonnablement encore baisser le taux de charge tout en conservant le même comportement au feu ? Les propriétés mécaniques des fils n'en seront encore que meilleures, mais tout reste à faire dans ce domaine. En tout état de cause, l'intérêt de ce nouveau type de matériau est définitivement démontré et l'ENSAIT est maintenant reconnue au niveau mondial pour son leadership dans le domaine des nanocomposites textiles ■

Eric DEVAUX  
Professeur des Universités, matériaux, polymères et composites