



(11) **EP 4 541 953 A2**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
23.04.2025 Bulletin 2025/17

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):
D01C 1/02 (2006.01) D06M 11/05 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **24207457.3**

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):
D01C 1/02; D06M 11/05

(22) Date de dépôt: **18.10.2024**

(84) Etats contractants désignés:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC ME MK MT NL
NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**
Etats d'extension désignés:
BA
Etats de validation désignés:
GE KH MA MD TN

(30) Priorité: **18.10.2023 FR 2311228**

(71) Demandeurs:
• **Holding Textile Hermès
69310 Pierre-Benite (FR)**
• **Université de Lorraine
54000 Nancy (FR)**

(72) Inventeurs:
• **SEGOVIA, César
88000 Epinal (FR)**
• **BROSSE, Nicolas
54330 Vézelize (FR)**
• **MORLOT, David
42190 Charlieu (FR)**
• **ROYER, Corinne
69110 Sainte Foy les Lyon (FR)**

(74) Mandataire: **Cabinet Becker et Associés
25, rue Louis le Grand
75002 Paris (FR)**

(54) **PROCEDE VERT D OBTENTION DE FIBRES LIBERIENNES ELEMENTAIRES**

(57) La présente invention concerne un procédé vert et durable d'obtention de fibres libériennes de lin élémentaires, comprenant une étape de traitement des fibres libériennes de lin non teillées avec de la vapeur d'eau à une pression strictement supérieure à la pression

atmosphérique. Elle concerne également des fibres libériennes élémentaires susceptibles d'être obtenues par un tel procédé, leur utilisation pour la fabrication d'un article textile, ainsi qu'un article textile comprenant au moins une telle fibre libérienne élémentaire.

EP 4 541 953 A2

Description**Domaine technique**

- 5 **[0001]** La présente invention concerne le domaine de la filature, et en particulier le domaine de l'obtention des fibres libériennes, telles que des fibres de lin, de haute qualité, de finesse exceptionnelle, et adaptées à la filature. Le procédé selon l'invention est un procédé « vert » en ce qu'il n'implique aucun agent chimique, et durable.

Arrière-plan technologique

- 10 **[0002]** Le lin est une matière noble et naturelle qui peut être utilisée dans le domaine textile. C'est un textile sobre et élégant qui garantit notamment une sensation de fraîcheur sur la peau.
- [0003]** Les fibres de lin utilisées dans la réalisation des textiles sont des fibres dites « techniques », dont le diamètre est généralement de l'ordre de 60 à 150 micromètres, et qui comprennent un faisceau de plusieurs fibres de lin élémentaires
- 15 liées par un ciment pectique.
- [0004]** Ces fibres techniques sont obtenues par rouissage, notamment par rouissage à terre, du lin après sa culture, puis par teillage et peignage du lin roui récolté. Le rouissage à terre (procédé au champ) consiste en la séparation des fibres de la tige par l'action combinée de l'humidité et des microorganismes.
- [0005]** Cependant, le rouissage, en particulier le rouissage à terre, a cet inconvénient majeur que les conditions
- 20 auxquelles sont exposées les fibres dépendent des conditions météorologiques, et sont donc difficilement prévisibles ou reproductibles, ce qui peut affecter la qualité des fibres de lin obtenues. En fonction des conditions météorologiques, il est parfois nécessaire de récolter le lin avant que le rouissage soit achevé. En outre, la dépendance aux conditions météorologiques limite les zones géographiques dans lesquelles le lin peut être produit, en particulier au vu des modifications climatiques liées au réchauffement actuel de la planète.
- 25 **[0006]** D'autre part, la finesse des fibres textiles est un atout indéniable permettant d'améliorer la noblesse et la qualité des textiles obtenus après filature. Ainsi, par exemple, d'autres textiles nobles, tels que le cachemire ou la soie, ont des fibres plus fines que les fibres techniques de lin. Il serait souhaitable de disposer de fibres de lin de plus grande finesse que les fibres techniques de lin. Des fibres plus fines peuvent en outre avoir l'avantage d'être plus facilement tissées ou tricotées que des fibres plus épaisses qui sont plus rigides, notamment dans le cas du lin et/ou dans le cas de la filature au
- 30 sec.
- [0007]** L'explosion à la vapeur de fibres techniques de lin après rouissage et teillage a été décrite, et permet d'éliminer une partie du « ciment » qui lie les fibres élémentaires dans les fibres techniques obtenues après rouissage.
- [0008]** La demande de brevet WO8704194 décrit ainsi des fibres de lin modifiées obtenues par un traitement
- 35 d'hydrolyse en phase vapeur de lin sous-roui préalablement coupé à des longueurs de l'ordre de 70 mm. Le lin sous-roui est teillé avant son traitement à la vapeur, et peut également être traité par imprégnation avec une solution de soude pour optimiser le rendement et/ou la qualité des fibres après traitement à la vapeur. Le traitement d'hydrolyse en phase vapeur permet de compléter l'action des agents bactériologiques du rouissage qui n'a pas été totale du fait du ramassage prématuré du lin.
- [0009]** La publication Kessler et al. Biomass and Bioenergy 1998 14, 3, p.237 décrit un procédé d'explosion à la vapeur permettant d'obtenir des fibres de lin pour l'application textile. Lorsque le lin est non-roui, il est nécessaire d'inclure avant
- 40 l'explosion à la vapeur une étape d'imprégnation avec une solution de soude pour améliorer l'affinage. Le traitement basique entraîne néanmoins une dégradation partielle de la fibre et une diminution de ses propriétés mécaniques (Segovia et al. Waste Biomass Valorization 12, 6255-6260, 2021, Sauvageon et al. Textile Research Journal 2017, 88 (9), 1047-1055).
- 45 **[0010]** Il serait utile de disposer de procédés permettant d'obtenir des fibres de lin de haute qualité, notamment de finesse améliorée, adaptées au tissage et/ou au tricotage, et permettant de s'affranchir du rouissage et/ou du teillage. Il serait également utile de disposer de procédés n'impliquant aucun traitement chimique.
- [0011]** Quelques procédés ont été décrits comme permettant d'obtenir des fibres de lin élémentaires. On peut citer notamment des procédés enzymatiques (Akin et al. Industrial Crops and Products 25 (2007) 136-146 ; Juarez et al. Bioprocess Biosyst Eng (2011) 34:913-921 ; Alix et al. Carbohydrate Polymers 87 (2012) 177- 185), des procédés par
- 50 irradiation micro-ondes et des procédés par irradiation ultrason (Borsa et al. Cellulose 2016, 23 (3) , pp.2117-2128). Néanmoins, ces procédés sont difficilement industrialisables car mal contrôlés, mal maîtrisés et/ou coûteux. En outre, les fibres obtenues n'ont pas une qualité suffisante. Par exemple, les fibres obtenues avec des procédés enzymatiques présentent des fibrillations.
- 55 **[0012]** Dans ce cadre, les Inventeurs ont démontré de façon surprenante que la mise en oeuvre d'une étape d'explosion à la vapeur dans des conditions spécifiques permet d'obtenir des fibres libériennes élémentaires à partir de lin non teillé et de préférence non roui avec un rendement élevé, même en absence de tout traitement chimique.

Résumé

[0013] Ainsi, un premier objet de la présente invention est un procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires, comprenant une étape de traitement de fibres de lin non teillées avec de la vapeur d'eau à une pression strictement supérieure à la pression atmosphérique, puis un abaissement brutal de la pression, ledit procédé ne comprenant aucune mise en contact des fibres de lin non teillées avec une solution de prétraitement telle qu'une solution de prétraitement acide ou basique.

[0014] Dans un mode de réalisation, les fibres de lin sont des fibres de lin non roui et non teillé.

[0015] Dans un mode de réalisation, les fibres de lin non teillées sont choisies dans le groupe constitué par les fibres de lin récolté au stade de la floraison, les fibres de lin récolté au stade des capsules vertes, les fibres de lin récolté au stade des capsules vertes avec rouissage, et les fibres de lin récolté au stade des capsules brunes, de préférence les fibres de lin non teillées sont des fibres de lin vert.

[0016] Dans un mode de réalisation, le procédé ne comprend aucune étape de post-traitement avec un agent chimique tel qu'un oxydant, un acide et/ou une base.

[0017] Dans un mode de réalisation, la mise en contact des fibres avec la vapeur d'eau est mise en oeuvre à une température comprise entre 150°C et 300°C, de préférence d'environ 220°C.

[0018] Dans un mode de réalisation, la mise en contact des fibres avec la vapeur d'eau est mise en oeuvre à une pression comprise entre 5 bars et 50 bars, de préférence d'environ 26 bars.

[0019] Dans un mode de réalisation, la mise en contact des fibres avec la vapeur d'eau est mise en oeuvre pendant une durée comprise entre 2 et 20 minutes, de préférence d'environ 7 minutes.

[0020] Dans un mode de réalisation, l'abaissement brutal de la pression est de préférence mis en oeuvre sur une durée inférieure à 1 seconde, de préférence comprise entre 0,1 seconde et 1 seconde, en particulier une durée d'environ 0,3 seconde.

[0021] Dans un mode de réalisation, le procédé comprend en outre, après le traitement à la vapeur d'eau, au moins un rinçage, de préférence deux rinçages, avec un solvant de rinçage.

[0022] Dans un mode de réalisation, le solvant de rinçage est de l'eau, de préférence de l'eau purifiée.

[0023] Un autre objet de la présente invention est une fibre de lin élémentaire susceptible d'être obtenue, de préférence obtenue, par un procédé selon l'invention, dans laquelle la fibre de lin élémentaire a une longueur comprise entre 15 et 50 mm, et un diamètre compris entre 10 microns et 25 microns.

[0024] Un autre objet de l'invention est l'utilisation d'une fibre de lin selon l'invention ou obtenue par un procédé selon l'invention, dans la fabrication d'un article textile et/ou une étoffe.

[0025] Un dernier objet de l'invention est un article textile et/ou une étoffe comprenant au moins une fibre de lin élémentaire selon l'invention, ou obtenue par un procédé selon l'invention.

Brève description des dessins

[0026]

La figure 1 présente une image d'une coupe transversale par microscopie électronique d'une fibre élémentaire de lin.

La figure 2 présente une image de microscopie électronique des fibres de lin de l'exemple 1 avant traitement à la vapeur.

La figure 3 présente une image de microscopie électronique des fibres de lin de l'exemple 1 après traitement à la vapeur.

La figure 4 présente une image de microscopie électronique d'une fibre de lin élémentaire obtenue à l'exemple 1.

La figure 5 montre les fibres de lin de l'exemple 1 prises dans leur ensemble avant le traitement à la vapeur.

La figure 6 montre les fibres de lin de l'exemple 1 prises dans leur ensemble après le traitement à la vapeur.

La figure 7 est un histogramme représentant la distribution des longueurs des fibres en mm, en pourcentage cumulé inversé, avant le traitement à la vapeur des fibres par le procédé de l'exemple 1.

La figure 8 est un histogramme représentant la distribution des longueurs des fibres en mm, en pourcentage cumulé inversé, après le traitement à la vapeur des fibres par le procédé de l'exemple 1.

La figure 9 est une image de MEB des fibres de capsules brunes de lin non rouies et non teillées traitées selon l'invention.

La figure 10 est une image de MEB des fibres de capsules brunes de lin non rouies et non teillées traitées selon l'invention.

La figure 11 est un histogramme représentant la distribution des longueurs des fibres en mm, en pourcentage cumulé inversé, après le traitement à la vapeur des fibres de capsules brunes de lin non rouies et non teillées par le procédé selon l'invention.

La figure 12 est un histogramme représentant la distribution des diamètres des fibres en microns, en pourcentage

cumulé inversé, après le traitement à la vapeur des fibres de capsules brunes de lin non rouies et non teillées par le procédé selon l'invention.

La figure 13 est une photographie d'un échantillon de lin non tissé obtenu avec des fibres élémentaires selon l'invention (à droite) et de la référence obtenue avec du lin non affiné (à gauche).

Description détaillée

Définitions

[0027] Les « *fibres libériennes* », également appelées fibres de phloème, sont des fibres végétales extraites du phloème (l'écorce interne ou liber) entourant la tige de certaines plantes dicotylédones. Elles soutiennent les cellules conductrices du phloème et donnent de la force à la tige. Dans la présente invention, le terme « *fibre libérienne* » fait référence à une fibre de lin, sauf précision contraire.

[0028] Une « *fibre élémentaire* » est une fibre, notamment une fibre de lin, unique ou unitaire, séparée des autres fibres élémentaires constituant les faisceaux de fibres présents dans les fibres techniques, notamment les fibres techniques de lin.

[0029] Par « *prétraitement* » on désigne dans la présente invention une étape de traitement des fibres qui est mise en oeuvre entre la récolte du lin et le traitement à la vapeur d'eau du procédé selon l'invention. Il peut notamment s'agir d'une étape de mise en contact avec une solution acide ou basique, en particulier une étape d'impregnation avec une solution basique telle qu'une solution de soude. Une solution de prétraitement basique a de préférence un pH supérieur à 8, de préférence supérieur à 12. Une solution de prétraitement acide a de préférence un pH inférieur à 6, de préférence inférieur à 4.

[0030] Le « *rouissage* » est la macération que l'on fait subir aux plantes textiles telles que le lin ou le chanvre, pour faciliter la séparation de l'écorce filamenteuse avec la tige. Le rouissage des plantes textiles se pratique par immersion plus ou moins prolongée (rouissage à l'eau) ou par exposition à la chaleur et à l'humidité au sol des andains de tige (rouissage à terre).

[0031] Un lin est dit « *sous-roui* » lorsque le lin est prématurément ramassé dans le cas du rouissage à terre. Un lin est dit « non-roui » lorsqu'il est ramassé sans aucun maintien au sol des fibres.

[0032] Le « *teillage* » est une étape mécanique classiquement effectuée après le rouissage des tiges, et consistant à séparer les fibres de l'anas (partie ligneuse de la plante) pour obtenir de la filasse de 700 à 800 mm de longueur.

[0033] Le teillage désigne ainsi l'opération classique de première transformation industrielle de la paille du lin rouie : c'est la séparation mécanique des fibres du bois de la plante par battage de la matière. Les étapes successives sont : l'égrenage (retrait des graines), l'étirage (alignement des tiges entre elles), le broyage (cassure du bois) et le battage (séparation des fibres techniques). Les fibres obtenues se classent en deux catégories : les fibres longues à proprement parler issues du teillage, autrement appelées le long brin ou la filasse (200-600mm) ; et les fibres courtes, nommées étoupes (10-200mm).

[0034] L'« *ouvraison* » est la fracture des tiges entre des rouleaux crantés pour séparer le bois (partie intérieure de la tige également nommée anas pour les tiges de lin) des fibres qui se trouvent dans le cortex (partie extérieure) de la tige. À la suite de cette séparation, les fibres techniques du lin sont transformées mécaniquement en utilisant des cylindres garnis de pointes inclinées qui permettent de séparer les faisceaux de fibres techniques entre elles et de raccourcir la longueur des mèches. Les fibres obtenues sont plutôt semi longues (40-200 mm) et s'apparentent aux étoupes. Les points majeurs différenciant l'ouvraison du teillage sont l'absence d'étirage, donc l'absence d'alignement et l'absence de battage.

[0035] Le « *diamètre* » d'une fibre est la dimension moyenne de la section de la fibre, même si elle n'est pas exactement circulaire. Quand il s'agit d'un ensemble de fibres, le diamètre « moyen » est une moyenne en nombre du diamètre de chacune des fibres de l'ensemble.

[0036] Un « *pré-traitement* » est un traitement des fibres avant leur exposition à la vapeur d'eau.

[0037] Un « *post-traitement* » est un traitement des fibres après leur exposition à la vapeur d'eau et l'abaissement brutal de la pression.

[0038] Le terme « *environ* » placé devant une valeur chiffrée désigne un intervalle compris entre plus et moins dix pourcents de la valeur chiffrée, de préférence compris entre plus et moins cinq pourcents de la valeur chiffrée, en particulier compris entre plus et moins un pourcent de la valeur chiffrée.

Procédé d'obtention de fibres élémentaires

[0039] Un premier objet de l'invention est un procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires, comprenant une étape de traitement de fibres de lin avec de la vapeur d'eau.

[0040] Les fibres libériennes traitées par le procédé selon l'invention sont des fibres de lin.

[0041] Dans certains modes de réalisation, les fibres de lin traitées par le procédé selon l'invention sont issues de lin

textile ou de lin oléagineux.

[0042] Le procédé selon l'invention peut être mis en oeuvre avec du lin de différentes maturités. En effet, le procédé selon l'invention a permis d'obtenir des fibres de lin élémentaires avec du lin récolté au stade de la floraison, du lin récolté au stade des capsules vertes, du lin récolté au stade des capsules vertes avec rouissage, et du lin récolté au stade des capsules brunes. Dans un mode de réalisation, les fibres libériennes sont choisies dans le groupe constitué par les fibres de lin récolté au stade de la floraison, les fibres de lin récolté au stade des capsules vertes, les fibres de lin récolté au stade des capsules vertes avec rouissage, et les fibres de lin récolté au stade des capsules brunes. Dans un mode de réalisation, les fibres libériennes sont choisies dans le groupe constitué par les fibres de lin récolté au stade de la floraison, les fibres de lin récolté au stade des capsules vertes, et les fibres de lin récolté au stade des capsules brunes. Les fibres de lin soumises au traitement avec de la vapeur d'eau sont de préférence des fibres de lin vert.

[0043] Les fibres libériennes soumises au traitement avec de la vapeur d'eau sont de préférence des fibres non rouies ou sous-rouies, en particulier des fibres non-rouies.

[0044] Les fibres libériennes soumises au traitement avec de la vapeur d'eau sont de préférence des fibres non teillées.

[0045] Les fibres libériennes soumises au traitement avec de la vapeur d'eau sont de préférence des fibres n'ayant subi aucun prétraitement, en particulier aucun prétraitement par un agent chimique tel qu'un acide ou une base.

[0046] Le procédé d'obtention des fibres élémentaires selon l'invention est un procédé « vert » puisqu'il évite le recours aux pré-traitements avec des agents chimiques tels que les acides et les bases. Il évite également le recours à des pré-traitements impliquant d'autres agents chimiques potentiellement toxiques pour l'homme et/ou l'environnement, tels que des agents chélateurs d'ions, notamment d'ions métalliques. De préférence, le procédé ne comprend également aucune étape de post-traitement avec des agents chimiques tels que les oxydants, l'hydrazine, le sulfure de sodium, les acides et les bases. Le procédé est également un procédé durable, car de par son ultra-rapidité il nécessite peu d'apport d'énergie.

[0047] Le procédé d'obtention des fibres élémentaires selon l'invention permet d'obtenir un rendement élevé en fibres élémentaires, notamment un rendement supérieure à 50%, supérieur à 60%, supérieur à 70%, supérieur à 80%, supérieur à 90%, voire supérieur à 95%. Un rendement supérieur à 95% en fibres élémentaires signifie que plus de 95% des fibres dans un échantillon traité conformément à l'invention sont sous forme élémentaire, les autres fibres pouvant être par exemple sous forme de faisceau de fibres élémentaires et/ou de fibres techniques.

[0048] Le procédé d'obtention des fibres élémentaires selon l'invention permet d'obtenir, en plus des fibres élémentaires, des co-produits tels que la lignine et/ou la pectine. De par l'absence de traitement chimique, notamment l'absence de prétraitement acide ou basique et/ou de post-traitement oxydant, acide ou basique, dans le procédé selon l'invention, ces co-produits ne sont pas dégradés et peuvent être récupérés, éventuellement purifiés, et ensuite valorisés.

[0049] Un autre objet de l'invention est ainsi un procédé de production d'au moins un co-produit tel que la lignine et/ou la pectine, comprenant la mise en oeuvre d'un procédé d'obtention de fibres élémentaires selon l'invention, et la séparation du au moins un co-produit désiré des fibres élémentaires obtenues à l'issue du procédé. Dans certains modes de réalisation, le co-produit est un polysaccharide ou comprend au moins un polysaccharide ou un mélange de polysaccharides.

[0050] Un autre objet de l'invention est un co-produit tel que la lignine et/ou la pectine obtenu par le procédé selon l'invention.

[0051] Le procédé d'obtention de fibres élémentaires selon l'invention est décrit ci-avant en partant de fibres libériennes non teillées et de préférence non rouies, pour lesquelles il présente des avantages indéniables.

[0052] Néanmoins, l'homme du métier comprend aisément à la lecture des conditions de traitement et des avantages procurés par le procédé selon la présente invention qu'il peut s'appliquer de la même façon pour obtenir des fibres libériennes élémentaires à partir de fibres libériennes après teillage, telles que des fibres libériennes obtenues par la voie traditionnelle, notamment des fibres libériennes de lin sous forme de ruban de filature, ou issu des processus de filature, plus simplement désigné « ruban » dans la suite de la demande, de mèche, et/ou de fibre technique.

[0053] Un autre objet de l'invention est ainsi un procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires, comprenant une étape de traitement de fibres de lin après teillage avec de la vapeur d'eau à une pression strictement supérieure à la pression atmosphérique, puis un abaissement brutal de la pression, ledit procédé ne comprenant aucune mise en contact des fibres de lin avec une solution de prétraitement telle qu'une solution de prétraitement acide ou basique. Les fibres teillées peuvent éventuellement être sous forme de ruban, de mèche et/ou de fibres techniques. De préférence, le procédé ne comprend aucun post-traitement tel qu'un post-traitement avec une solution oxydante, acide ou basique.

Traitement à la vapeur d'eau

[0054] Le procédé selon l'invention comprend le traitement des fibres libériennes non teillées et de préférence non-rouies avec de la vapeur d'eau à une pression strictement supérieure à la pression atmosphérique, puis un abaissement brutal de la pression.

[0055] Le traitement à la vapeur d'eau peut être mis en oeuvre dans toutes conditions adaptées pour obtenir l'individualisation des fibres recherchée. L'homme du métier est à même d'adapter les conditions du traitement à la

vapeur d'eau, notamment la durée du traitement, la pression et la température de la vapeur d'eau, pour obtenir l'individualisation des fibres. Les conditions peuvent être adaptées notamment en fonction de la nature des fibres (origine du lin), de leur degré de maturité, des éventuels prétraitements mis en oeuvre, des caractéristiques des fibres (dimensions), et/ou de la quantité de fibres à traiter.

[0056] De préférence, le traitement à la vapeur d'eau est réalisé par mise en contact des fibres avec de la vapeur d'eau sous pression, c'est-à-dire à une pression strictement supérieure à la pression atmosphérique, et à température élevée, puis par abaissement brutal de la pression. Un tel traitement est connu sous l'appellation d'« explosion à la vapeur ». Sans vouloir être liés par une quelconque théorie, les Inventeurs pensent que la chute brutale de la pression peut induire un cisaillement qui contribue à faire mécaniquement éclater le ciment pectinique qui lie les fibres élémentaires.

[0057] L'abaissement brutal (ou chute brutale) de la pression est de préférence mis en oeuvre sur des temps très courts. Ainsi, le temps pour faire passer le réacteur (et son contenu) de la pression strictement supérieure à la pression atmosphérique à la pression finale est typiquement inférieur à 5 secondes, de préférence inférieur à 1 seconde, de préférence compris entre 0,1 seconde et 1 seconde, en particulier il est d'environ 0,3 seconde.

[0058] La pression strictement supérieure à la pression atmosphérique du contact avec la vapeur d'eau peut être adaptée par l'homme du métier. La pression peut notamment être supérieure à 5 bars, de préférence supérieure à 8 bars.

[0059] La pression finale (après abaissement brutal de la pression) peut être n'importe quelle pression inférieure à la pression supérieure à la pression atmosphérique telle que définie ci-avant. Dans un mode de réalisation préféré, la pression finale est la pression atmosphérique. Dans certains autres modes de réalisation, la pression finale est une pression inférieure à la pression atmosphérique.

[0060] De préférence, la différence entre la pression supérieure à la pression atmosphérique à laquelle la vapeur d'eau est mise en contact avec les fibres et la pression finale après abaissement brutal de la pression est d'au moins 5 bars, de préférence au moins 8 bars, de façon plus préférée au moins 15 bars, et en particulier au moins 25 bars.

[0061] Le traitement à la vapeur d'eau est de préférence mis en oeuvre par mise en contact des fibres libériennes avec de la vapeur d'eau dans un réacteur adapté.

[0062] Dans un mode de réalisation, la durée de la mise en contact est comprise entre 30 secondes et 20 minutes. En particulier, elle peut être d'environ 7 minutes.

[0063] Dans un mode de réalisation, la température lors de la mise en contact est comprise entre 150°C et 300°C. En particulier, elle peut être d'environ 220°C.

[0064] Dans un mode de réalisation, la pression lors de la mise en contact est comprise entre 5 bars et 50 bars. En particulier, elle peut être d'environ 26 bars.

[0065] Le traitement à la vapeur d'eau combine l'action de la chaleur issue de la vapeur et celle de la pression pour mouiller la matière et initier l'hydrolyse du ciment pectinique qui lie les fibres élémentaires.

[0066] L'eau qui est mise en contact avec les fibres libériennes sous forme de vapeur peut être de toute qualité, notamment il peut s'agir d'eau purifiée ou d'eau dite « du robinet ». Ainsi, le pH de cette eau n'est pas nécessairement exactement neutre, selon la source de l'eau utilisée. Dans certains modes de réalisation, le pH de l'eau utilisée est compris entre 6.5 et 8.

Autres étapes

[0067] Le procédé d'obtention de fibres élémentaires peut comprendre en outre, avant ou après le traitement à la vapeur, n'importe quelle autre étape connue dans l'art pour le traitement et/ou l'individualisation des fibres libériennes, à l'exception des étapes impliquant des agents chimiques, tels que les acides et les bases.

[0068] Dans certains modes de réalisation, le procédé d'obtention de fibres élémentaires comprend en outre, après l'explosion à la vapeur, au moins une étape de rinçage, de préférence deux étapes de rinçage. Chaque étape de rinçage peut être mise en oeuvre avec tout solvant de rinçage adapté, notamment de l'eau, en particulier de l'eau purifiée. La température du solvant de chaque rinçage peut être indépendamment inférieure, égale ou supérieure à la température ambiante, de préférence supérieure à la température ambiante. La température du solvant de rinçage, notamment de l'eau, peut être d'environ 70°C.

[0069] Dans certains modes de réalisation, le procédé d'obtention de fibres élémentaires comprend en outre, après l'explosion à la vapeur et, le cas échéant, après la ou les étapes de rinçage, au moins une étape de traitement mécanique des fibres telle qu'une étape de cardage.

[0070] A l'issue du traitement à la vapeur d'eau, et des éventuelles étapes ultérieures telles que les étapes de rinçage, le lin est obtenu sous la forme de fibres élémentaires en milieu humide, qui se démêlent bien.

[0071] Dans certains modes de réalisation, le procédé comprend, avant le traitement à la vapeur d'eau, une étape de décorticage mécanique. Cette étape permet de séparer les fibres techniques et le bois (appelé aussi des anas) de la tige et d'optimiser la production de fibres techniques.

[0072] Dans certains modes de réalisation, le procédé comprend, avant le traitement à la vapeur d'eau, une étape d'ouvroison qui permet d'affiner et/ou de raccourcir la longueur des fibres techniques, pour améliorer la qualité des fibres

obtenues lors du traitement. Après ce procédé, la présence de fibres élémentaires est minimale.

[0073] Le procédé selon l'invention ne comprend de préférence pas d'étape de teillage des fibres préalablement à leur traitement à la vapeur d'eau.

5 Fibres libériennes élémentaires

[0074] Un autre objet de l'invention est une fibre élémentaire de lin susceptible d'être obtenue, de préférence obtenue, par un procédé d'obtention selon la présente invention.

10 **[0075]** Les fibres libériennes élémentaires selon l'invention ont une finesse exceptionnelle, qui peut être similaire à celle des fibres de cachemire et/ou de soie. Dans un mode de réalisation, les fibres élémentaires de lin selon l'invention ont un diamètre compris entre 10 microns et 25 microns, de préférence entre 10 microns et 20 microns, en particulier un diamètre d'environ 20 microns.

[0076] Les fibres libériennes élémentaires selon l'invention sont typiquement plus courtes que des fibres libériennes classiques. Dans un mode de réalisation, les fibres élémentaires de lin selon l'invention ont une longueur comprise entre 15 et 50 mm.

15 **[0077]** Les fibres libériennes élémentaires selon l'invention sont particulièrement adaptées pour une application textile. En particulier, elles sont adaptées à une filature en fibres courtes, au contraire des fibres libériennes classiques telles que les fibres techniques de lin, qui sont adaptées à une filature en fibres longues. En outre, les fibres libériennes selon l'invention sont adaptées au cardage.

20

Utilisation des fibres libériennes élémentaires

[0078] Les fibres libériennes élémentaires selon l'invention sont particulièrement adaptées pour une utilisation dans le domaine textile. En effet, leurs propriétés mécaniques et leurs dimensions (longueur/diamètre) sont parfaitement adaptées pour une utilisation dans le textile.

25

[0079] Ainsi, un autre objet de la présente invention est l'utilisation d'une fibre libérienne élémentaire selon l'invention, ou obtenue par un procédé selon l'invention, dans la fabrication d'un article textile et/ou d'une étoffe.

[0080] Un autre objet de l'invention est un article textile et/ou une étoffe comprenant au moins une fibre libérienne élémentaire selon l'invention. L'article textile et/ou une étoffe peut notamment être un ruban, un fil, un tricot, une maille, une 30 mèche, un tissé ou un non-tissé. Dans certains modes de réalisation, l'article textile et/ou l'étoffe selon l'invention comprend des fibres libériennes élémentaires selon l'invention et d'autres types de fibres. Dans d'autres modes de réalisation, l'article textile et/ou l'étoffe selon l'invention comprend uniquement des fibres libériennes élémentaires selon l'invention. Autrement dit, 100% des fibres de l'article textile et/ou de l'étoffe sont dans ce mode de réalisation des fibres libériennes élémentaires selon l'invention.

35

[0081] L'article textile et/ou l'étoffe selon l'invention peut être obtenu par un procédé en voie sèche ou par un procédé en voie humide, de préférence un procédé en voie sèche.

[0082] L'invention sera mieux comprise par le biais des exemples ci-après, qui doivent être considérés comme illustratifs et non limitatifs de la portée de l'invention.

40

Exemples

[0083] Méthode de mesure du diamètre et/ou de la finesse des fibres

[0084] Afin de déterminer la morphologie des fibres, deux paramètres sont à mesurer : la longueur et le diamètre.

45

[0085] Pour mesurer la longueur, une masse de fibre est définie puis prélevée dans les fibres en trois fois au minimum pour s'assurer de récupérer un échantillon représentatif de la matière. A l'aide de pinces de précisions et de pics, les fibres sont extraites de l'échantillon une par une, puis placées sur une plaque de verre où de l'eau de ville a été placée au préalable (méthode inspirée des normes textiles). La fibre est ensuite détordue et redressée à l'aide de pinces, puis est mesurée avec une règle graduée de laboratoire. La mesure est rentrée dans un tableur.

50

[0086] Cette opération est répétée jusqu'à ce que toutes les fibres de l'échantillon prélevé soient mesurées, ce qui permet d'avoir une distribution de la totalité des fibres.

[0087] Une fois toutes les mesures entrées dans le tableur, un graphique représentant la distribution en pourcentage des longueurs peut être établi.

55

[0088] Pour mesurer le diamètre, des échantillons de fibres sont regroupés en faisceaux d'une centaine de fibres environ, puis sont découpés dans le sens transversal grâce à une lame affûtée utilisée spécifiquement pour la coupe d'échantillons fins. Ces faisceaux coupés sont ensuite préparés, puis observés au microscope électronique à balayage (MEB) dans le sens de leur section transversale.

[0089] Les clichés récupérés du MEB sont transférés dans un logiciel de traitement d'image pour mesurer chaque fibre rapidement et avec précision.

[0090] Le logiciel permet de mesurer des formes complexes en donnant un diamètre minimum, maximum, et moyen, ainsi que l'aire de la section transversale de chaque fibre individuelle.

[0091] Toutes ces données sont envoyées dans un tableau afin de créer un graphique de répartition en pourcentage du diamètre des fibres.

Exemple 1 : Procédé selon l'invention

[0092] Des fibres techniques de lin sous forme de ruban (mèche sans torsion, filature au sec), 100% lin naturel peigné, ont été soumises à une explosion à la vapeur à 220°C et 26 bars pendant une durée de 7 minutes. Deux rinçages à l'eau purifiée à 70°C ont ensuite été réalisés. L'aspect des fibres de lin a été clairement modifié par ce traitement à la vapeur. Les fibres de lin se démêlent bien pour obtenir des fibres élémentaires en milieu humide.

[0093] La figure 2 et la figure 3 montrent respectivement les fibres avant et après le traitement à la vapeur. La figure 4 présente une fibre élémentaire isolée obtenue après le traitement à la vapeur. La mesure du diamètre de cette fibre élémentaire à différents endroits a permis d'obtenir les valeurs suivantes : 20,46 micromètres et 19,06 micromètres. Les mesures effectuées sur une autre fibre ont également fourni une valeur de 13,17 micromètres.

[0094] La figure 5 et la figure 6 montrent les fibres de lin prises dans leur ensemble avant et après le traitement à la vapeur. Avant traitement, on observe de nombreuses fibres techniques de diamètre d'environ 60 à 80 micromètres. Après traitement, l'échantillon ne contient presque que des fibres élémentaires de diamètre d'environ 19 à 23 micromètres, et très peu de fibres techniques.

Exemple 2 : Caractérisation des fibres élémentaires obtenues selon l'invention

[0095] La longueur des fibres de lin a été comparée avant et après traitement à la vapeur selon l'invention. Les histogrammes de la figure 7 et de la figure 8 représentent la distribution des longueurs des fibres en mm, en pourcentage cumulé inversé, respectivement avant et après traitement à la vapeur des fibres par le procédé de l'exemple 1. Les fibres techniques de lin (avant traitement) ont une distribution de taille qui monte jusqu'à 60 à 120 mm, ce qui les rend adaptées à la filature en fibres longues. Au contraire, la distribution de tailles des fibres après traitement, qui monte seulement jusqu'à 30 à 50 mm, les rend adaptées à la filature en fibres courtes.

[0096] Le tableau 1 ci-dessous présente la caractérisation des fibres élémentaires obtenues à l'exemple 1. Les fibres élémentaires obtenues selon l'invention ont des propriétés mécaniques similaires à celles des fibres techniques. En outre, le maintien des valeurs des indicateurs de résistance et d'allongement démontre que les fibres élémentaires selon l'invention sont compatibles avec une filature.

Tableau 1

Fibre	Aire (μm^2)	Diamètre (μm)	Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Lin avant traitement	2598	57,5	794 ± 269	45 ± 27	2,66
Lin après traitement	419	23,1	849 ± 626	$16,2 \pm 0,7$	$1,9 \pm 0,9$

Exemple 3 : Mise en oeuvre du procédé avec des lins de différentes maturités

[0097] Le procédé selon l'invention a été mis en oeuvre avec des tiges de lin récoltées à différents stades de maturité sur un lin de même variété et issu de la même parcelle : du lin récolté au stade de la floraison, du lin récolté au stade des capsules vertes, du lin récolté au stade des capsules vertes avec rouissage, et du lin récolté au stade des capsules brunes.

[0098] Après défibrage mécanique et ouvraison, les fibres ont été soumises à un traitement à la vapeur d'eau tel que celui décrit à l'exemple 1.

[0099] Les caractéristiques des fibres obtenues sont résumées dans le tableau 2 ci-dessous. Comme pour l'exemple 1, les propriétés mécaniques des fibres élémentaires obtenues sont compatibles avec la filature, aussi bien sur les fibres avec rouissage que sans rouissage. En outre, ces propriétés mécaniques sont similaires à celles des fibres obtenues par la voie traditionnelle (colonne 3, capsules vertes avec rouissage). La mise en oeuvre du procédé en absence de rouissage et de teillage permet donc d'obtenir des fibres de propriétés mécaniques aussi bonnes que celles de fibres obtenues par la voie traditionnelle.

Tableau 2

Maturité	1: Floraison sans rouissage	2: Capsules vertes sans rouissage	3: Capsules vertes avec rouissage	4: Capsules brunes sans rouissage
Fibres élémentaires				
Nombre d'échantillons	17	15	24	17
Diamètre (microns)	21±3,6	22±1,9	21,8±2,3	21,1±2,7
Résistance à la traction (MPa)	307,2±95,1	459±194,4	526,3±170,5	546,6±181,5
Allongement (%)	1,1±0,8	1,2±0,4	1,19±0,5	1,3±0,6

[0100] Les figures 9 et 10 sont des images de MEB après explosion à la vapeur selon le procédé selon l'invention sur le lin de la 4^{ème} colonne du tableau 2 (capsules brunes, sans teillage et sans rouissage).

[0101] Les images sont similaires à celles obtenues à l'exemple 1 sur un ruban de lin. Cela confirme que le procédé selon l'invention peut être mis en oeuvre efficacement sur du lin non roui et non teillé. Comme on peut le voir sur ces clichés, l'échantillon comprend en grande majorité des fibres élémentaires et quasiment plus de fibres techniques. Ceci confirme le très bon rendement du procédé.

[0102] La figure 11 présente la distribution des longueurs des fibres en mm, en pourcentage cumulé inversé, après le traitement à la vapeur des fibres de la 4^{ème} colonne du tableau 2 (capsules brunes, sans teillage et sans rouissage). 50% des fibres ont une longueur inférieure à 30 mm, et sont donc adaptées pour une utilisation en filature fibres courtes.

[0103] La figure 12 présente la distribution des diamètres des fibres en microns, en pourcentage cumulé inversé, après le traitement à la vapeur des fibres de la 4^{ème} colonne du tableau 2 (capsules brunes, sans teillage et sans rouissage). 90% des diamètres de fibres sont inférieurs à 20 microns, ce qui démontre le rendement élevé et la réalité de l'obtention de fibres élémentaires.

Exemple 4 : Réalisation d'un non-tissé 100% lin à partir des fibres selon l'invention

[0104] Un rouleau de non-tissé a été fabriqué à partir de 100% de fibres de lin obtenues par un procédé selon l'invention, par un procédé de consolidation en voie sèche (aiguilletage).

[0105] Le protocole suivant a été mis en oeuvre :

[0106] Les fibres élémentaires de lin obtenues selon l'invention ont été séchées et conditionnées à 20°C et 65% d'humidité relative. Elles ont été rapidement ouvertes à la main pour éliminer les agrégats et/ou les noeuds de fibres. Elles ont ensuite été ouvertes avec le premier module de l'ouvreuse Laroche à 800 rpm. Les fibres ont ensuite été transportées par la chargeuse Bobino vers la cardeuse, puis cardées pour être parallélisées. La densité finale a été fabriquée avec un étaleur nappeur. La consolidation du non-tissé a été effectuée par l'aiguilletage.

[0107] Le non-tissé obtenu avait une épaisseur finale de 3 à 4 mm, et une densité finale de 300 g/m².

[0108] Le non-tissé 100% lin obtenu à partir des fibres de lin élémentaires selon l'invention présentait une finesse visuelle et au toucher nettement supérieure à celle d'un non-tissé obtenu à partir de fibres techniques, ce qui est visible sur la photo de la figure 13.

Revendications

1. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires, comprenant une étape de traitement de fibres de lin non teillées avec de la vapeur d'eau à une pression strictement supérieure à la pression atmosphérique, puis un abaissement brutal de la pression, ledit procédé ne comprenant aucune mise en contact des fibres de lin non teillées avec une solution de prétraitement telle qu'une solution de prétraitement acide ou basique.
2. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon la revendication 1, dans lequel les fibres de lin sont des fibres de lin non teillé et non roui.
3. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon la revendication 1 ou la revendication 2, dans lequel les fibres de lin non teillées sont choisies dans le groupe constitué par les fibres de lin récolté au stade de la floraison, les fibres de lin récolté au stade des capsules vertes, les fibres de lin récolté au stade des capsules vertes avec rouissage, et les fibres de lin récolté au stade des capsules brunes, de préférence les fibres de lin non teillées sont des fibres de lin vert.

EP 4 541 953 A2

4. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, ledit procédé ne comprenant aucune étape de post-traitement avec un agent chimique tel qu'un oxydant, un acide et/ou une base.
5. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la mise en contact des fibres avec la vapeur d'eau est mise en oeuvre à une température comprise entre 150°C et 300°C, de préférence d'environ 220°C.
6. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel la mise en contact des fibres avec la vapeur d'eau est mise en oeuvre à une pression comprise entre 5 bars et 50 bars, de préférence d'environ 26 bars.
7. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel la mise en contact des fibres avec la vapeur d'eau est mise en oeuvre pendant une durée comprise entre 2 et 20 minutes, de préférence d'environ 7 minutes.
8. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel l'abaissement brutal de la pression est de préférence mis en oeuvre sur une durée inférieure à 1 seconde, de préférence comprise entre 0,1 seconde et 1 seconde, en particulier une durée d'environ 0,3 seconde.
9. Procédé d'obtention de fibres de lin élémentaires selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel le procédé comprend en outre, après le traitement à la vapeur d'eau, au moins un rinçage, de préférence deux rinçages, avec un solvant de rinçage, de préférence de l'eau.
10. Fibre de lin élémentaire susceptible d'être obtenue, de préférence obtenue, par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, dans laquelle la fibre de lin élémentaire a une longueur comprise entre 15 et 50 mm, et un diamètre compris entre 10 microns et 25 microns.
11. Utilisation d'une fibre de lin selon la revendication 10 ou obtenue par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, dans la fabrication d'un article textile et/ou une étoffe.
12. Article textile et/ou étoffe comprenant au moins une fibre de lin élémentaire selon la revendication 10, ou obtenue par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11.

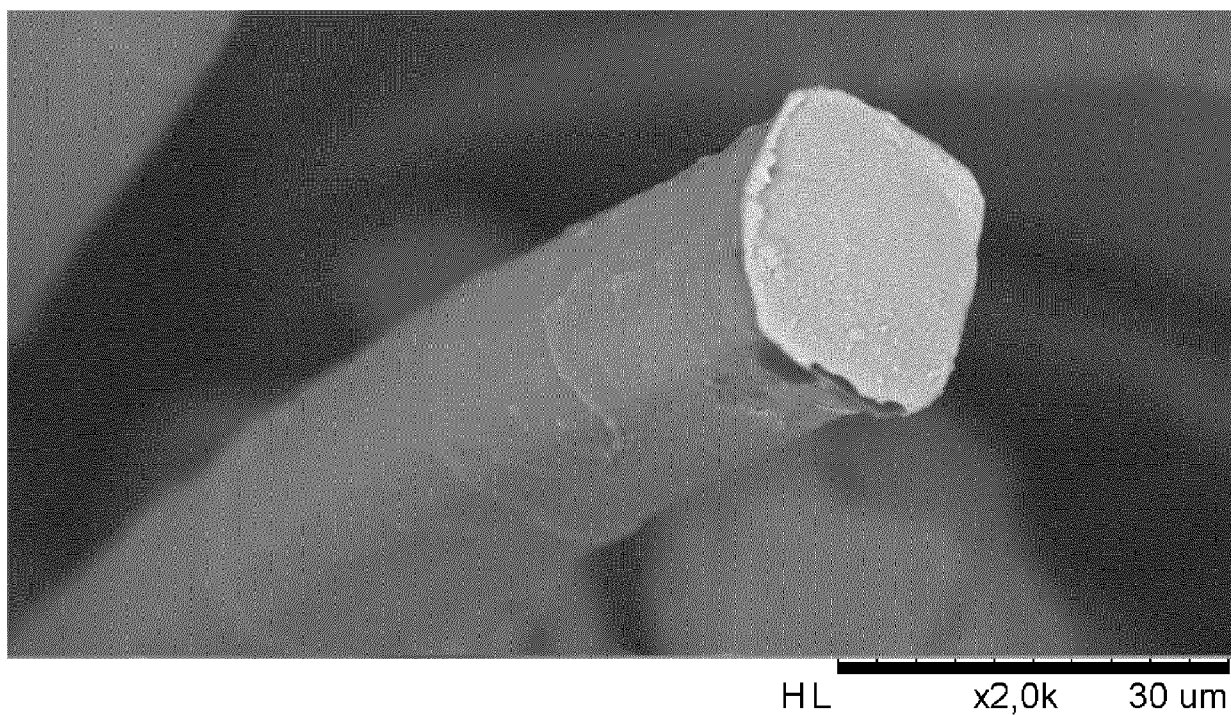


Figure 1

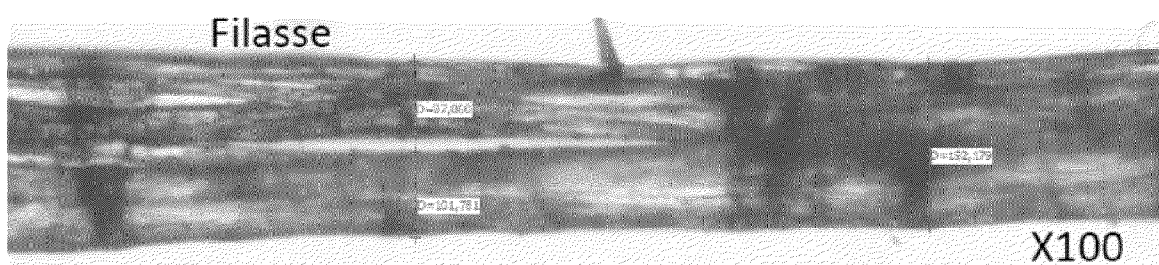


Figure 2

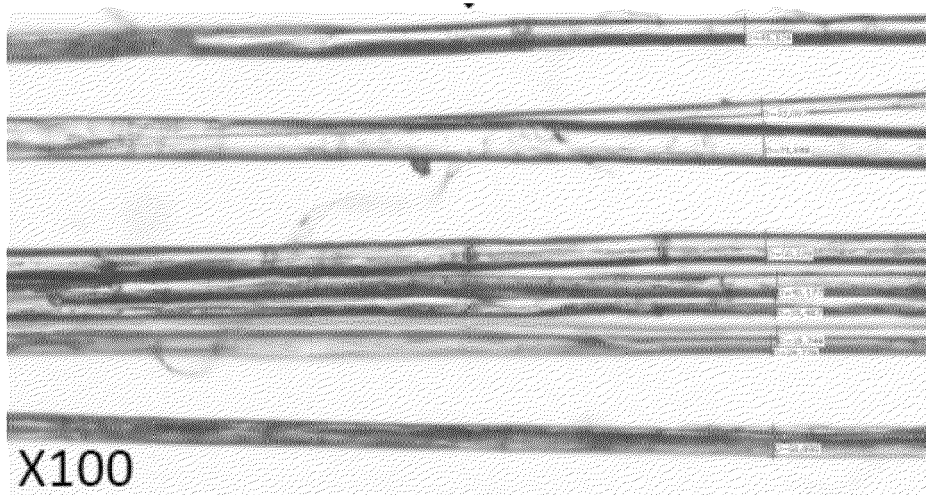


Figure 3

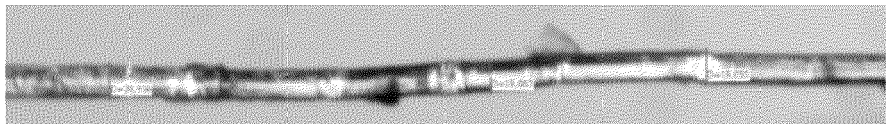


Figure 4

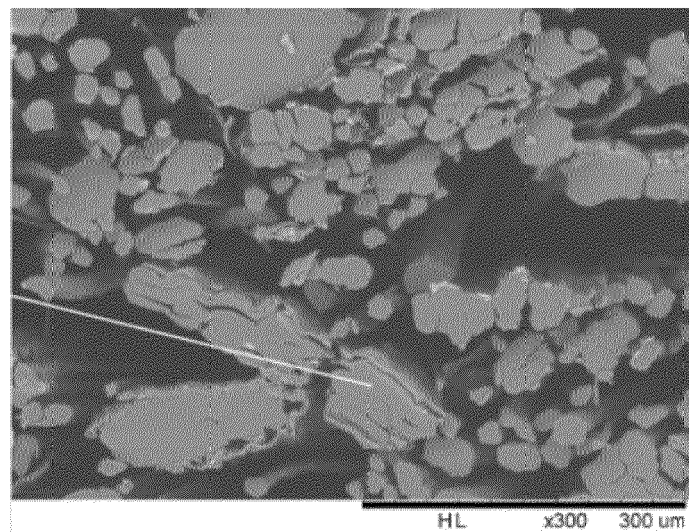


Figure 5

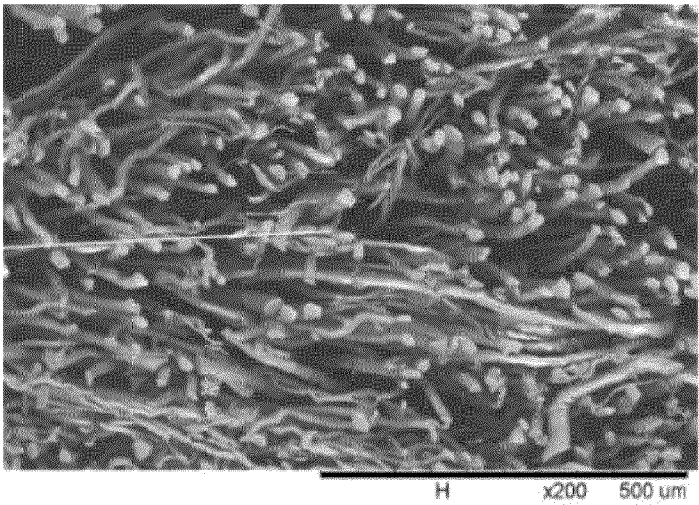


Figure 6

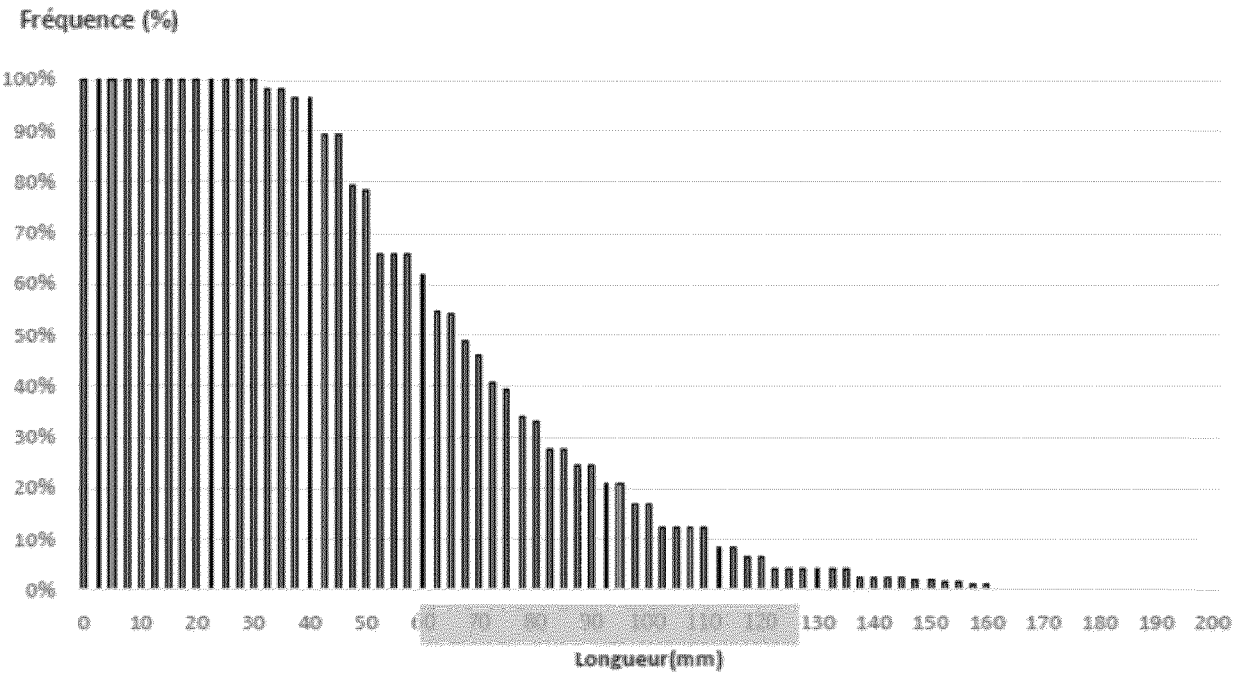


Figure 7

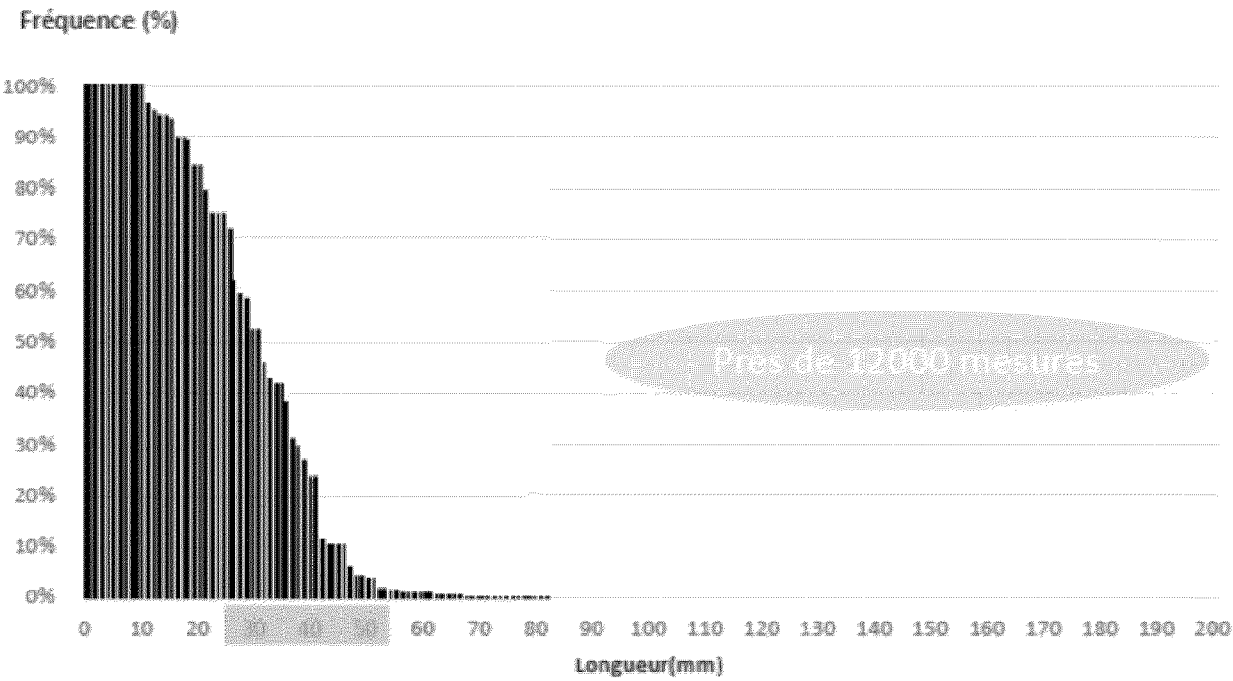


Figure 8

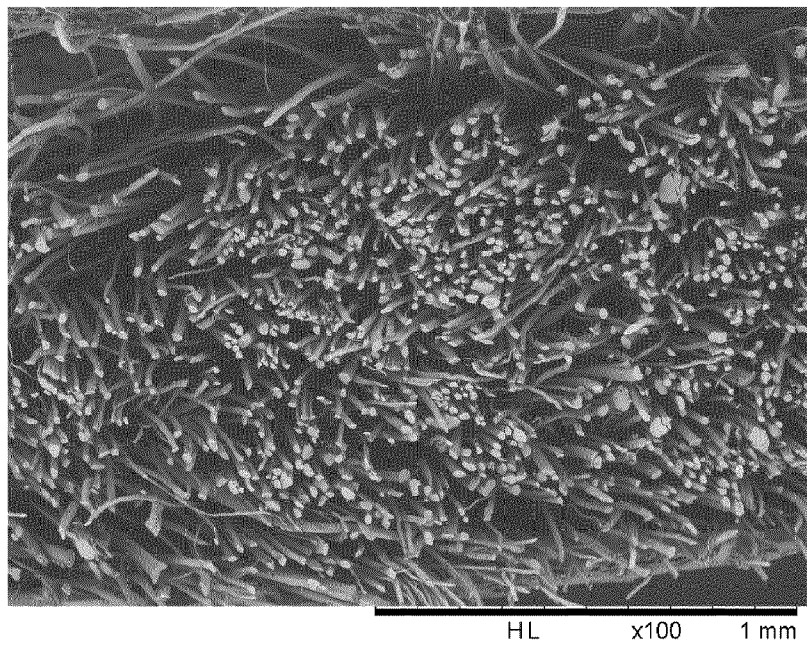


Figure 9

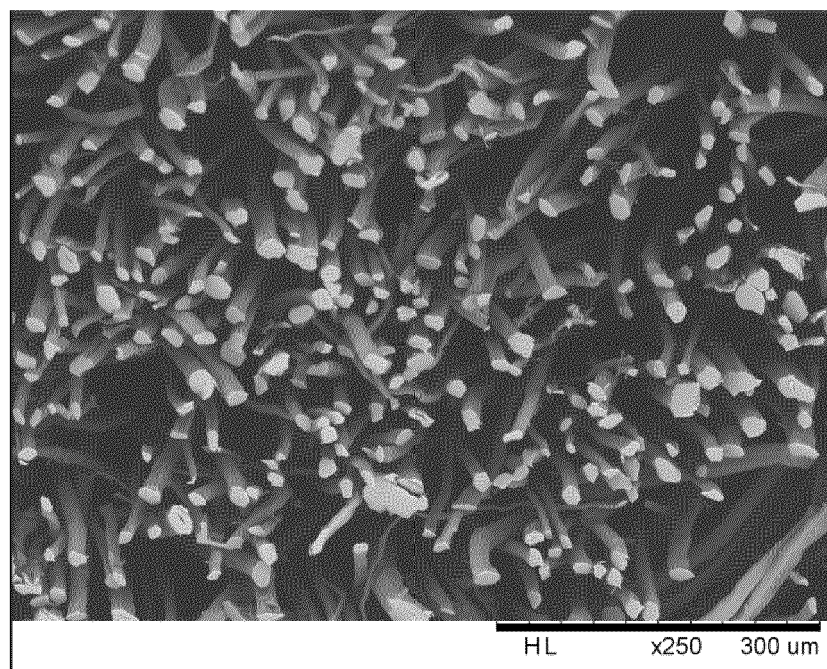


Figure 10

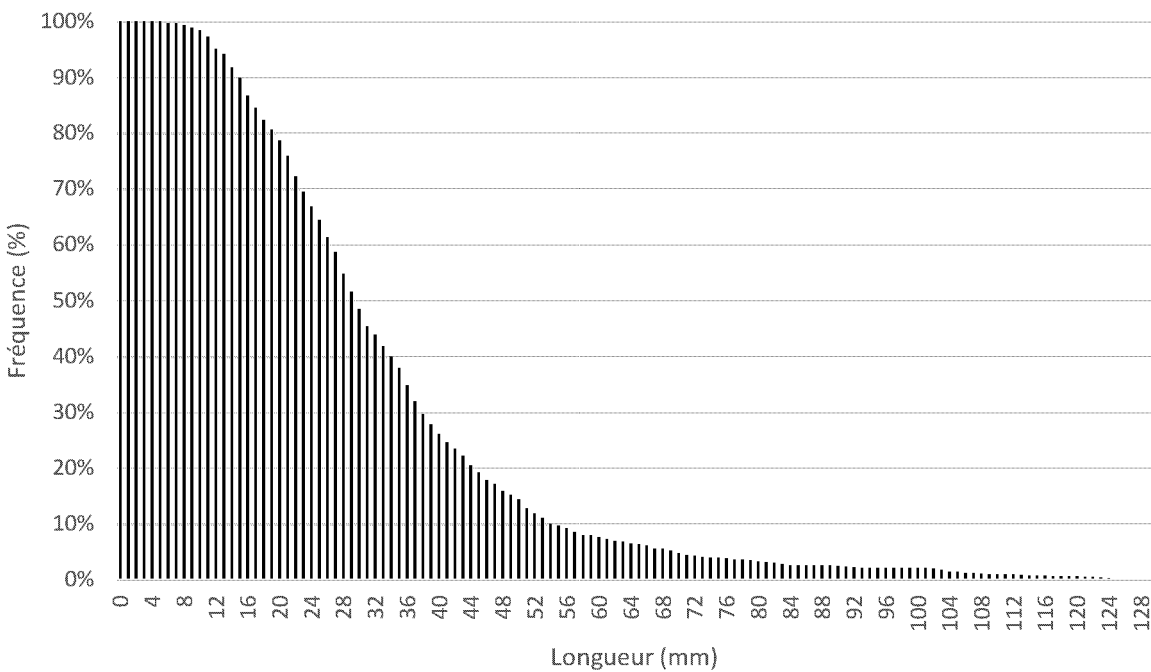


Figure 11

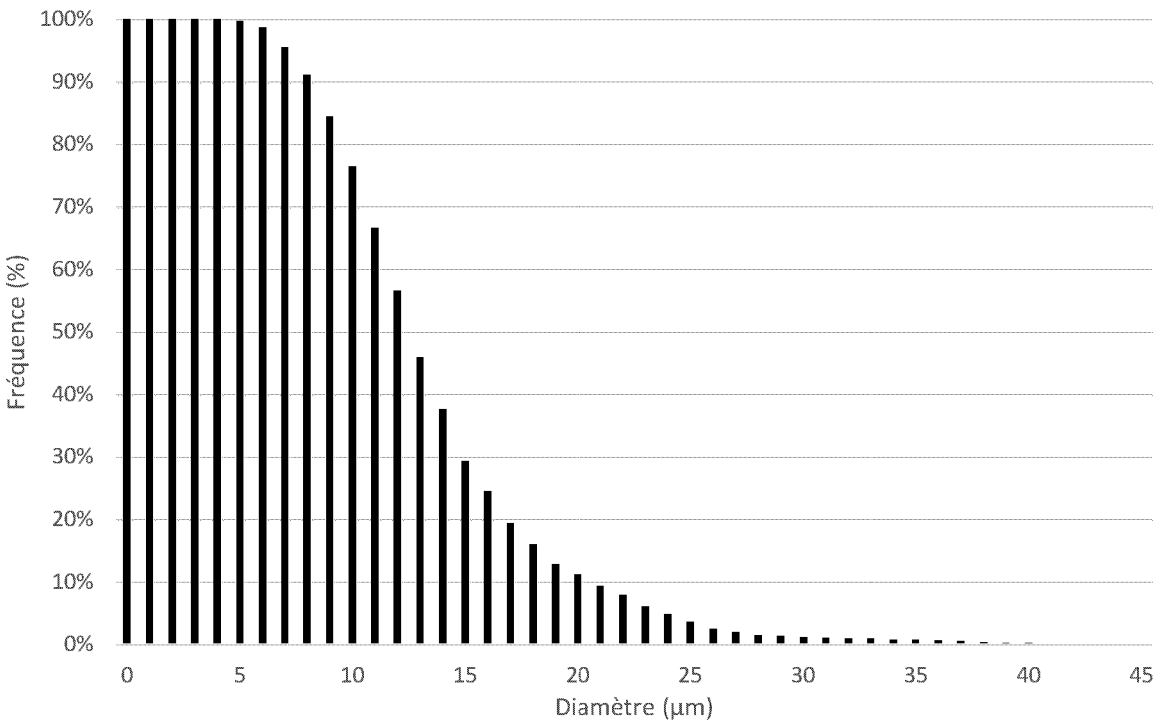


Figure 12

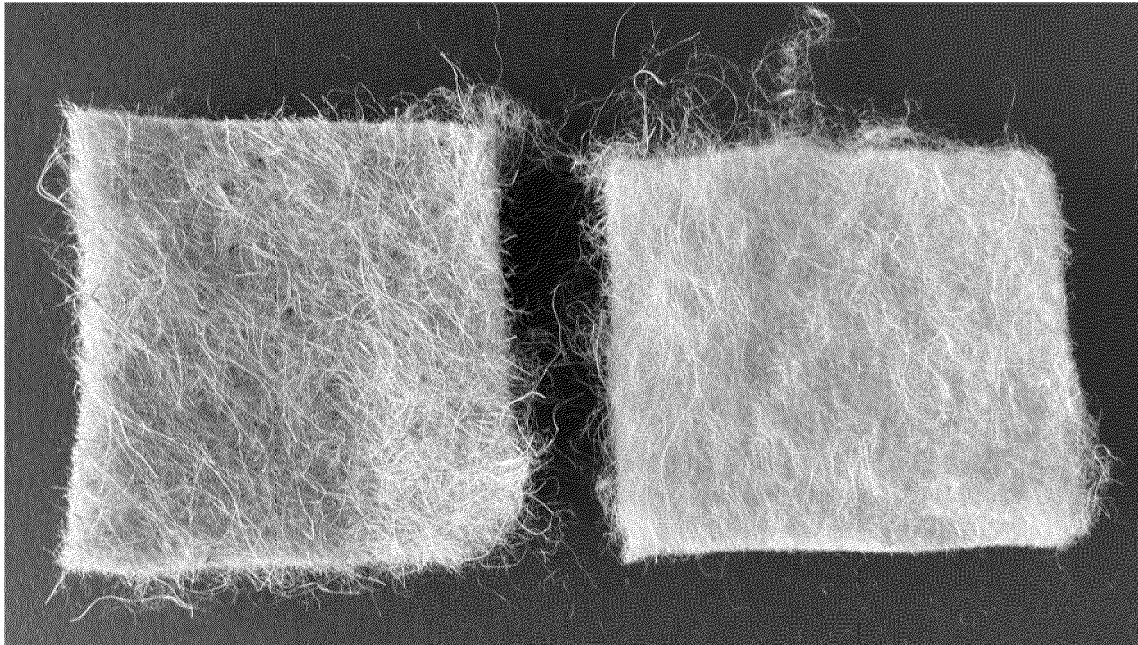


Figure 13

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- WO 8704194 A [0008]

Littérature non-brevet citée dans la description

- **KESSLER et al.** *Biomass and Bioenergy*, 1998, vol. 14 (3), 237 [0009]
- **SEGOVIA et al.** *Waste Biomass Valorization*, 2021, vol. 12, 6255-6260 [0009]
- **SAUVAGEON et al.** *Textile Research Journal*, 2017, vol. 88 (9), 1047-1055 [0009]
- **AKIN et al.** *Industrial Crops and Products*, 2007, vol. 25, 136-146 [0011]
- **JUAREZ et al.** *Bioprocess Biosyst Eng*, 2011, vol. 34, 913-921 [0011]
- **ALIX et al.** *Carbohydrate Polymers*, 2012, vol. 87, 177-185 [0011]
- **BORSA et al.** *Cellulose*, 2016, vol. 23 (3), 2117-2128 [0011]