

Etude chimique d'un dépôt collant sur turbines « open end »

C. Marquie*, J. Bourelly* et A. Bonvalet**

* Laboratoire de Chimie des plantes textiles de l'IRCT, Centre de recherches du GERDAT, B.P. 5035, Montpellier Cedex.

** Chef du laboratoire A.M.P., GERDAT, Montpellier.

RÉSUMÉ

Un coton récolté en Afrique de l'Ouest laisse des dépôts collants sur des turbines de filature « open end ». Les auteurs tentent de déterminer l'origine et la nature de ces dépôts par l'analyse chimique. Trois fractions, liposoluble, insoluble et hydrosoluble, sont isolées.

Ces deux dernières sont particulièrement analysées. L'abondance des matières organiques montre l'origine essentiellement biologique du dépôt collant. L'analyse chromatographique en phase gazeuse de la fraction

soluble dénote la présence de sucres et de polyols. De nombreuses substances minérales sont identifiées dans la fraction insoluble. Les résultats permettent de reconstituer la formation du dépôt collant : sécrétion de méfaits sucrés par des insectes, dépôts de débris végétaux, de sable et de terre, sous l'action de vents violents, incrustation de ces substances due à une récolte tardive.

MOTS CLES : poussière, coton, collage, miellat.

INTRODUCTION

De nombreuses filatures de coton dans le monde connaissent des problèmes de collage qui perturbent profondément leur fonctionnement, au point d'empêcher parfois totalement la filature de quantités importantes de fibres. Ces phénomènes se concrétisent par des dépôts de matières poisseuses chargées de sucres, l'enroulement et le bourrage de fibres au niveau des pièces métalliques des bancs d'étirage, et sur les bancs à broches. Par temps sec et froid, les matières sucrées sont peu collantes et, par conséquent, les problèmes en filature moins intenses qu'en période chaude et humide.

Ces phénomènes, fréquemment décrits sur matériel classique de filature (10; 11), se produisent également sur turbines « open end ». Ainsi, le dépôt collant qui fait l'objet du présent travail et qui provient d'un coton originaire d'Afrique de l'Ouest a été prélevé sur des turbines « open end » qui équipent une usine du Nord de la France. Ce dépôt a pour effet de souiller et de dégrader considérablement le fil produit. Aussi était-il intéressant d'en connaître la nature afin de pouvoir expliquer son origine et sa formation.

MATÉRIEL ET TECHNIQUE

Le dépôt collant (DC) est constitué de débris divers, hétérogènes, granuleux et pulvérulents. Un examen microscopique à un faible grossissement permet d'identifier des fragments de limbes et de pétioles de feuilles, des morceaux de bois, une quantité importante de fibres de coton; des particules d'aspect vitreux et sablonneux sont mélangées intimement à une abondante masse pulvérulente de couleur brune.

Le tableau 1 indique le protocole opératoire suivi pour l'analyse chimique ainsi que les principaux résultats obtenus. A partir du dépôt collant, trois fractions sont isolées et examinées séparément : insoluble dans l'eau, hydrosoluble et liposoluble.

La fraction insoluble dans l'eau est isolée par lavage à l'eau bouillante, filtration puis séchage du résidu. Elle représente 70,27 % du poids du dépôt collant.

Les fractions hydrosoluble et liposoluble sont extraites à froid par un mélange de deux volumes de chloroforme pour un de méthanol. La phase chloroformique est lavée à l'eau, centrifugée puis desséchée à l'évaporateur rotatif sous vide; elle renferme les matières liposolubles (matières grasses). La phase méthanolique et les eaux de lavage de la phase chloroformique sont reprises par du chloroforme puis centrifugées. Cette fraction aqueuse est déshydratée sous vide à l'évaporateur rotatif; elle renferme la fraction hydrosoluble.

PHASE INSOLUBLE

Par calcination à 450°C d'une partie aliquote de la fraction insoluble, les substances organiques, combustibles, sont détruites et peuvent ainsi être quantifiées par simple différence de poids. Elles représentent 60,44 % du dépôt collant. L'analyse directe par la méthode de KÜRCHNER et HOFFER donne 26,62 % de cellulose. Les matières minérales (cendres) constituent 9,83 % de la poussière collante. Reprises par l'eau, elles se dissolvent en une fraction insoluble (97,87 % du poids des cendres) et en une fraction soluble. Le résidu insoluble est repris par de l'acide chlorhydrique concentré et chauffé jusqu'à l'apparition des premières vapeurs. Après filtration puis rinçage à l'eau, le résidu

insoluble est à nouveau incinéré, repris par de l'acide fluorhydrique à sec puis par de l'acide chlorhydrique et lavé à l'eau.

Les différentes solutions sont réunies, ramenées à un volume connu et analysées (18, tabl. 2).

Pour le dosage de la silice, le résidu insoluble des cendres, issu de la première calcination, est attaqué par un mélange d'acides chlorhydrique, sulfurique et nitrique, à chaud, jusqu'à dégagement des vapeurs sulfuriques; il est ensuite repris par du chlorure d'ammonium avec un peu d'acide chlorhydrique dilué à chaud. La silice demeure seule en suspension; elle est récupérée sur un filtre sans cendre, séchée à 100°C puis pesée.

FRACTION HYDROSOLUBLE

Dosage des protéines

Le dosage de l'azote total (N) par la méthode de KJELDAHL permet d'évaluer la teneur en protéines totales ($N \times 6,25$) du dépôt collant (8,07 %) et celle de la fraction hydrosoluble (6,30 % DC).

Ces résultats confirment la nature essentiellement biologique du dépôt.

Dosage des glucides (sucres et polyols)

La chromatographie en phase gazeuse permet de doser les sucres en même temps que les polyols (« glucides », tabl. 3).

Le protocole opératoire utilisé est le suivant : une partie

aliquote de la fraction hydrosoluble, obtenue par extraction du dépôt collant au mélange chloroforme, méthanol, eau, est soigneusement déshydratée et pesée. L'extrait sec total (30 à 40 mg environ), contenant 4 mg de rhamnose comme étalon interne, est repris par 1 ml de pyridine anhydre à 80°C pendant une demi-heure, afin d'assurer la dissolution complète des sucres. Ces derniers sont ensuite oximés par 1 ml du réactif constitué de 125 mg de chlorhydrate d'hydroxylamine dissous dans 5 ml de pyridine (6). La réaction se poursuit à 80°C pendant 30 minutes. Après refroidissement, les oximes ainsi produits sont silylés, pendant 30 minutes à la température ambiante, par 1 ml d'hexaméthylsilazane, en présence de 0,1 ml d'acide trifluoroacétique, comme catalyseur (6). 1 microlitre de cette solution

TABLEAU 1. — Analyse chimique d'un dépôt collant sur turbines
« open end ».
Protocole opératoire et principaux résultats.

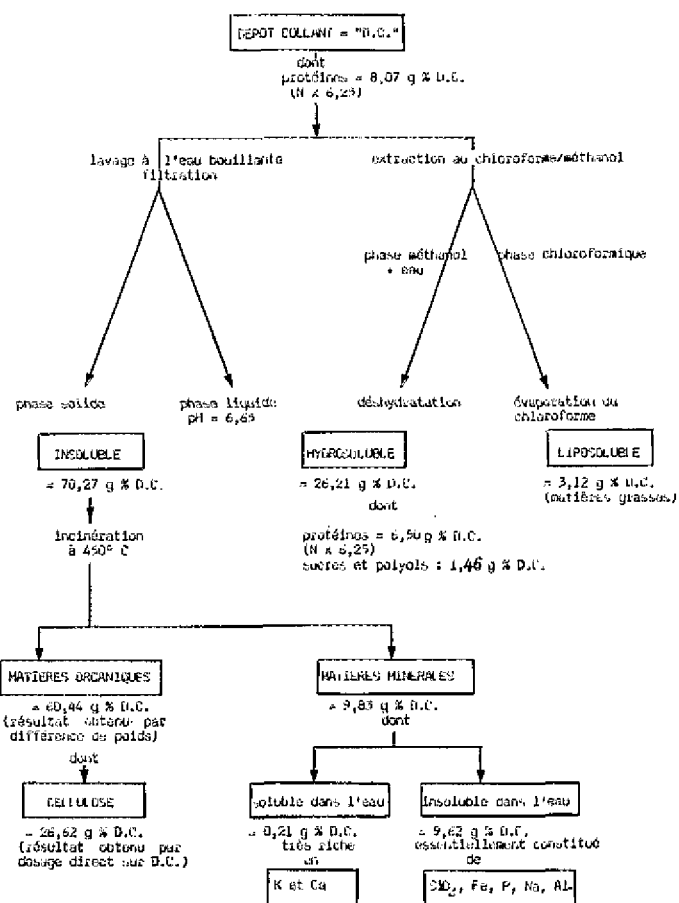


TABLE 1. — Chemical analysis of a sticky deposit on "open end"
rotors.
Experimental procedure and results.

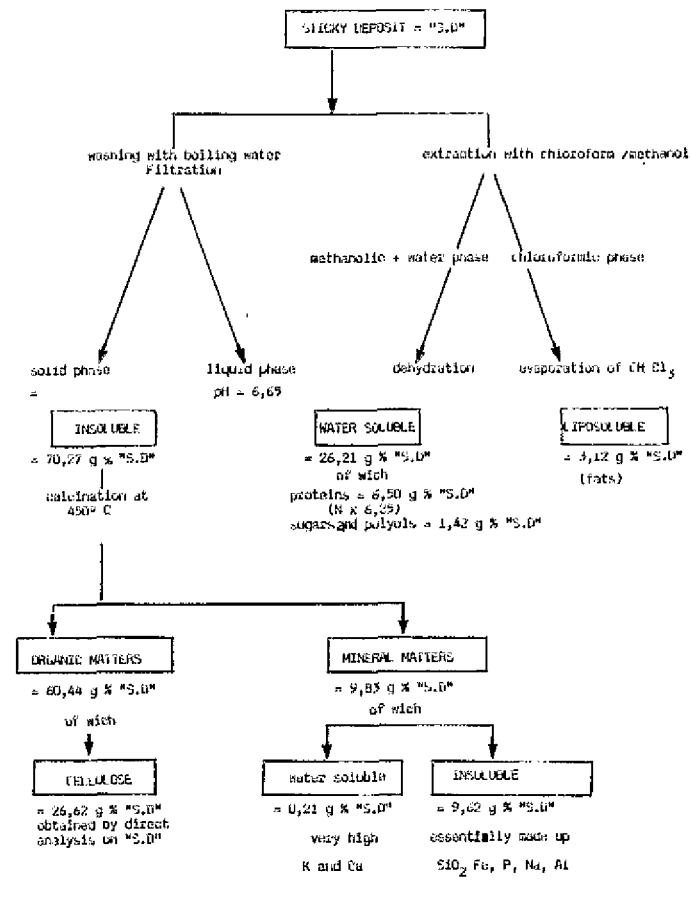


TABLEAU 2. — Analyse* minérale du dépôt collant DC.
TABLE 2. — Mineral composition* of the sticky deposit SD.

Cations, mg/100 g de DC	SiO ₂	P	K	Ca	Mg	Na	Cu	Mn	Zn	Fe	Al
Cations mg/100 g of SD	4100	356	2700	1550	382	329	6	12	28	397	222

* On remarque l'abondance de la silice, puis du potassium et du calcium ; fer, aluminium, magnésium et sodium sont présents en quantité non négligeable.

* The great amount of silica must be noted, then the amount of potassium and calcium. Not negligible amounts of iron, aluminium, magnesium and sodium are present.

TABLEAU 3. — Dosage des glucides (sucres et polyols)
de la fraction hydrosoluble par CPG* (résultats exprimés en
grammes pour 100 grammes de dépôt collant DC).

TABLE 3. — Dosage of saccharidic compounds (sugars and
polyols) of the water soluble fraction by capillary column gas
chromatography (results expressed in grams for 100 g of sticky
deposit SD).

Nature des glucides Nature of saccharidic compounds		CPG* GC*
Glycérol Glycerol	0,010
	0,207
Erythritol Erythritol	0,035
	0,285
(1) Arabitol Arabitol	0,010
	0,003
Mannitol Mannitol	0,343
	0,275
Inositol Inositol	0,208
	0,003
(2) Fructose Fructose	0,834
	1,421
(3) Glucose Glucose	
	
Saccharose Saccharose	
	
Mélézitose Melezitose	
	
Sucres totaux Total Sugars	0,834
Glucides totaux Total saccharidic compounds	1,421
(Sucres + polyols) (Sugars and polyols)	

*CPG : Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

(1) Polyols : physiologiques (glycérol, érythritol, inositol) et fongiques (une partie du glycérol, arabitol et, surtout, mannitol) provenant de la dégradation des sucres.

(2) Sucres : physiologiques (existent naturellement dans le cotonnier et les plantes supérieures).

(3) Sucre : entomologique (non préexistant dans la plante, sa formation est due à l'activité de certains insectes qui se développent sur le cotonnier) (Aphis et Bemisia).

*GC : Capillary column gas chromatography.

1) Polyols : physiological polyols (glycerol, erythritol, inositol) and fungal polyols (part of glycerol, arabitol and above all mannitol) resulting from the degradation of the sugars.

2) Sugars : physiological sugars (naturally present in the cotton plant and superior plants).

3) Sugar : entomological sugar (not initially present in the plant) ; its formation is due to the activity of certain insects which develop on the cotton plant (Aphis and Bemisia).

est injecté dans une colonne capillaire de verre, de 0,25 mm de diamètre intérieur et de 5 m de longueur, imprégnée de SE 30 à 4 %, selon la méthode de GROB (4 ; 5). L'appareillage utilisé consiste en un FRACTOVAP 4130-01 CARLO-ERBA, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme FD 20, d'un programmeur électronique et d'un intégrateur à impression de rapport HEWLETT-PACKARD 3390 A. L'injection est du type SPLIT, avec un débit

de gaz vecteur (hélium) de 2 ml par minute en sortie de colonne. Les températures de l'injecteur et du détecteur sont de 275 °C. La température du four est programmée de 60 °C à 260 °C à raison de 3 °C/mn.

La figure 1 présente un chromatogramme témoin, utilisé pour le calcul des coefficients de réponse des polyols, monoses, disaccharides et trisaccharides.

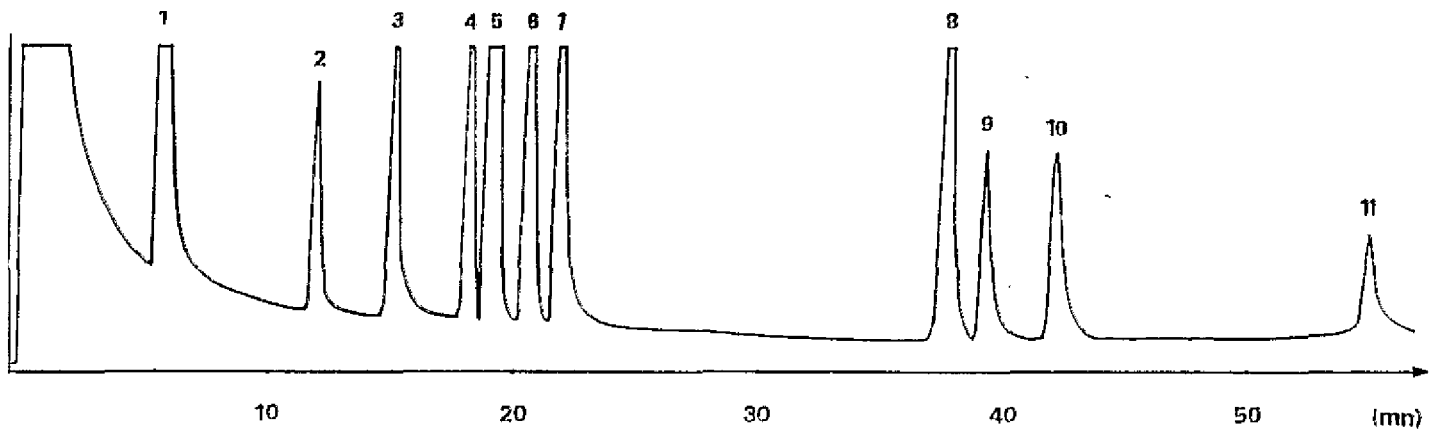


FIG. 1. — Reference chromatogram of standard sugars and polyols (trimethylsilyl esters).

Gas chromatography of trimethylsilyl standard mixture of eleven sugars and polyols, capillary column (5 m; 4% SE 30); oven temperature programmed from 60°C to 260°C; rate 3°C/min. Injector and detector temperature: 275°C; helium flow on column output: 2 ml/min.

Components: (1) erythritol; (2) arabitol; (3) rhamnose; (4) mannitol; (5) fructose; (6) glucose; (7) inositol; (8) saccharose; (9) trehalose; (10) maltose; (11) mélezitose.

FIG. 1. — Chromatogramme témoin de sucres et polyols (esters triméthylsilylés).

Chromatographie en phase gazeuse de dérivés triméthylsilylés d'un mélange standard de onze sucres sur colonne capillaire (5 m; 4% SE 30); température du four programmée de 60°C à 260°C à raison de 3°C/min; température de l'injecteur et du détecteur, 275°C; débit d'hélium en sortie de colonne, 2 ml/min.

Composants: (1) érythritol; (2) arabitol; (3) rhamnose; (4) mannitol; (5) fructose; (6) glucose; (7) inositol; (8) saccharose; (9) tréhalose; (10) maltose; (11) mélezitose.

CONCLUSIONS

L'abondance des matières organiques, fibres, débris végétaux, qui constituent 60,44% de la fraction insoluble du dépôt collant, montre bien que celui-ci a essentiellement une origine biologique.

Glucose, fructose et saccharose, que l'on trouve dans la phase hydrosoluble, sont des sucres physiologiques qui existent naturellement dans le cotonnier. L'identification du mélezitose, parmi les glucides solubles, implique l'intervention d'insectes (*Bemisia*, *Aphis*) dans les processus qui ont conduit à leur dépôt (1). On sait, en effet, que sous l'action transférante des alpha glucosidases de ces insectes, une molécule de glucose se combine, par son groupe réducteur, à la fonction alcool secondaire, en position 3, de la fraction fructose du saccharose (3), pour donner naissance à une molécule de mélezitose. En accord avec les travaux de PERKINS (9; 10; 11), on note la présence de plusieurs polyols, essentiellement mannitol et arabitol, indices d'une dégradation fongique des hexoses préexistants. Le glycérol, l'érythritol et l'inositol sont, au moins en partie, de nature physiologique.

On peut tenter de reconstituer la formation du dépôt collant de la manière suivante:

Pullulation, en fin de végétation des cotonniers, d'insectes, *Bemisia* et *Aphis*, qui se nourrissent sur les feuilles.

Exsudation de sucres physiologiques, puis formation de mélezitose. Ces sucres se répandent sur les feuilles et les fibres. Sous l'action de champignons, certains sucres (hexoses, saccharose) se transforment en mannitol, arabitol et glycérol (polyols).

Des vents violents mettent en suspension dans l'atmosphère des débris végétaux divers, du sable et de la terre. Ces matières se déposent sur les fibres, déjà souillées par du miellat, sucrées, donc poisseuses et susceptibles de se charger de particules de toutes sortes.

La récolte tardive permet à toutes ces impuretés de s'agglomérer profondément sur la trame cellulosique des fibres.

BIBLIOGRAPHIE

1. BACON J.S.D. and DICKINSON B., 1957. — The origin of melezitose: a biochemical relationship between the lime tree (*Tilia* spp.) and an Aphid (*Eucalipterus tiliae* L.). *Biochem.*, 66, 289-297.
2. CHEUNG P.S.R., ROBERTS C.W. and PERKINS H.H., 1980. — Implications of disaccharides in sticky-cotton processing. Honeydew contamination. *Text. Res. J.*, 55-59.
3. COURTOIS J.E. et PERLES R., 1971. — Précis de chimie biologique. Tome I, p. 327. Masson et Cie, Ed.
4. GROB K. and GROB G., 1976. — *Chromatographia*, 125, 471.
5. GROB K., GROB G. and GROB K. Jr, 1977. — *Chromatographia*, 10, 181.
6. IVERSON J.L. and BUENO M.P., 1981. — Sugars and sugar products. Evaluation of high pressure liquid chromatography and gas-liquid chromatography for quantitative determination of sugars in foods. *J. Assoc. off. anal. chem.*, 64, 1, 139-143.
7. LI B.W. and SCHUHMAN P.J., 1983. — Sugar analysis of fruit juices: content and method. *J. Food Sci.*, 48, 2, 633-635 and 653.
8. PINTA M., 1968. — Méthodes de référence pour la détermination des éléments minéraux dans les végétaux. II. *Coloquio europeo y mediterráneo sobre el control de la alimentación de plantas cultivadas*. Sevilla, sept., 1-20.
9. PERKINS H.H., ROBERTS C.W. and BASSETT D.M., 1976. — Characterization of noncellulosic constituents of variety test cotton. San Joaquin Valley, California. *Belt-wide Conference*, 1978.
10. ROBERTS C.W., KOENIG H.S., MERILL R.G., HEUNG P.S.R. and PERKINS H.H., 1976. — Implications of monosaccharides in sticky cotton processing. *Text. Res. J.*, 374-380.
11. ROBERTS C.W., CHEUNG P.S.R. and PERKINS H.H., 1978. — Implications of monosaccharides in sticky cotton processing. Part. II: Effects of growing conditions on fiber contaminants. *Text. Res. J.*, 91-96.

Chemical study of a sticky deposit on open end rotors

C. Marquie*, J. Bourelly* and A. Bonvalet**

* Laboratoire de Chimie des plantes textiles de l'IRCT, Centre de recherches du GERDAT, B.P. 5035, Montpellier Cedex.

** Chef du laboratoire A.M.P., GERDAT, Montpellier.

SUMMARY

Some cotton fibers harvested in West Africa leave sticky deposits on open-end spinning rotors. The authors attempt to define the nature and origin of such deposits, using the chemical analysis. Three fractions, liposoluble, insoluble and water-soluble are isolated.

The two last fractions are particularly analysed. The presence of many organic matters shows the origin of the sticky deposit is mainly biological.

When the soluble fraction is analysed by gas chromatography, the presence of sugars and polyols is indicated. Many mineral matters are identified in the insoluble fraction. The results allow to determine the formation of the sticky deposit: secretion of honey-dew by insects, deposits of vegetal debris, sand of dirt, brought by violent winds; incrustation of these matters due to late harvest.

INTRODUCTION

Many spinning mills in the world encounter problems of cotton stickiness that deeply disturb their functioning to such an extent that they sometimes make impossible the processing of important quantities of fibres. These phenomena materialize by deposits of sticky matters rich in sugars that cause rolling up and accumulation of fibres on the metallic parts of openers and drawing frames, combers and roving frames. In dry and cold weather sugary matters are not very sticky, and therefore, spinning problems are less severe than in warm and damp weather.

Frequently described on conventional spinning machineries (10, 11), these phenomena also occur on open end rotors. Thus, the sticky deposit which is examined in the present paper and originates in cotton fibers harvested in West Africa, was taken on open end rotors in a mill in the North of France. This deposit caused considerable spoiling and degradation of the yarn produced. Thus it was interesting to know its composition in order to explain its origin and formation.

MATERIAL AND TECHNIQUE

The sticky deposit (SD) consisted of various heterogeneous granular and pulverulent debris. A low magnification microscope examination allowed the identification of fragments of limbs and leafstalks, small pieces of wood and numerous cotton fibres; vitreous and sandy looking particles were intimately mixed with a large brown pulverulent mass.

Table 1 shows the experimental procedure followed for the chemical analysis, as well as the results obtained. Three fractions were isolated from the sticky deposit and were separately examined: water insoluble, water soluble and liposoluble.

The water insoluble fraction was isolated by washing the SD with boiling water, filtering and then drying of the residue.

This fraction represented 70.27% of the weight of the sticky deposit SD.

The water soluble and liposoluble fractions were extracted at room temperature by mixture of 2 volumes chloroform for 1 volume methanol. The chloroformic solution was washed with water, centrifuged and dehydrated with a rotative vacuum evaporator. It contained the liposoluble matters. The methanolic phase and the washing waters of the chloroformic phase were diluted with chloroform, then centrifuged.

This liquid fraction was vacuum dried with the rotative evaporator; it contained the water soluble fraction.

RESULTS

Insoluble phase

By calcination at 450°C of an aliquot of the insoluble fraction, the combustible organic matters were destroyed and could be quantified by simple difference of weight. They represented 60.44% of the sticky deposit. The direct analysis of cellulose by the method of KÜRCHNER and HOFFER yielded 26.62% of cellulose. The mineral matters (ashes) made up 9.83% of the sticky dust. Diluted with water, they dissociated in an insoluble fraction (97.87% of the weight of the ashes) and in a soluble fraction. The insoluble residue was treated by concentrated hydrochloric acid and heated until appearance of the first fumes. The insoluble residue was then filtered and rinsed with water and was calcinated again, treated until desiccating with hydrofluoric acid, then with hydrochloric acid and washed with water.

The different solutions were mixed together in a volumetric flask to a known volume and analysed ([3], table 2).

In order to effect the dosage of silica, the insoluble residue of the ashes from the first calcination was warmed up with a mixture of hydrochloric, sulfuric and nitric acids until emission of sulfuric fumes; it was then warmed with ammonium chloride and some drops of diluted hydrochloric acid. The silica remained alone in suspension; it was recovered on an ashless filter, dried at 100°C and weighed.

Water soluble fraction

Protein determination

The dosage of total nitrogen (N) by KJELDHAL's method allowed the evaluation of the total protein content ($N \times 6.25$) of the sticky deposit (8.07%) and the total protein content of the water soluble fraction (6.50 g% SD).

These results confirm the essentially biological nature of the deposit.

Dosage of the saccharidic compounds (sugars and polyols)

Gas chromatography allowed the determination of sugars at the same time as the dosage of polyols ("saccharidic compounds") (table 3).

The experimental procedure was as follows: an aliquot of the water soluble fraction, obtained by extraction of the sticky deposit by the mixture of chloroform, methanol and water was carefully dehydrated and weighed. The total dry extract (about 30 to 40 mg) containing 4 mg of rhamnose as an internal standard was dissolved by 1 ml of anhydrous pyridine at 80°C for 30 minutes in order to ensure the complete dissolution of the sugars. These sugars were then oxidized with 1 ml of reagent consisting of 125 mg of chlorohydrin hydroxylamine dissolved in 5 ml of pyridine (6). The reaction was allowed to perform for 30 minutes at 30°C. After cooling, the oximes thus produced were silylated for 30 minutes at room temperature by 1 ml of trifluoro acetic acid as a catalyst (6). 1 microlitre of this solution was injected in a 5 m long glass capillary column having an inner diameter of 0.25 mm, impregnated with 4% SE 30 according to the method of GROB (4; 5). The plant used consisted of a FRACTOVAP 4130-01 CARLO-ERBA, fitted with a flame ionisation detector FID 20 and a reporting integrator HEWLETT-PACKARD 3390 A. The injection was of the Split type with a flow of carrier gas (helium) of 2 ml per minute at the output of the column. The temperatures of the injector and of the detector were 275°C. The oven temperature was programmed from 60°C up to 260°C, at the rate of 3°C per minute. Figure 1 shows a reference chromatogram used for the calculation of the response coefficients of standard polyols, monoses, disaccharides and trisaccharides.

CONCLUSIONS

The large amount of organic matters, fibres, vegetal fragments which constituted 60.44% of the insoluble fraction of the sticky deposit clearly showed that this deposit essentially had a biological origin.

Glucose, fructose and saccharose found in the water soluble phase were physiological sugars which are naturally present in the cotton plant. Melezitose identified among the soluble saccharidic substances implies the intervention of insects (*Bemisia*, *Aphis*) in the processes that have led to their deposit (1). In fact, it is known that under the transferring action of the alpha glucosidases of these insects, a glucose molecule combines with its reducing group to the secondary alcohol function in position 3 of the fructose fraction of saccharose (3) to give rise to a melezitose molecule.

In agreement with the works of PERKINS (9; 10; 11), the presence of several polyols was noted, essentially mannitol and arabitol, which were signs of a fungal degradation of the pre-

existing hexoses. Glycerol, erythritol and inositol were, at least partly, of a physiological nature.

The formation of the sticky deposit may be reconstituted as follows:

- Pullulation of insects (*Bemisia* and *Aphis*) that feed on the leaves of cotton plants in the later part of the growing season.
- Exudation of physiological sugars and formation of melezitose. These sugars spread on leaves and fibres. Under the action of bacteria and fungi, certain sugars (hexoses and saccharose) turn into mannitol, arabitol and glycerol (polyols).
- Violent winds lift various vegetal debris, sand and dirt into the atmosphere. These matters deposit on the fibres already contaminated with honeydew and containing sugars, hence sticky and capable of retaining all kinds of particles. A late harvest allows all these impurities to agglomerate deeply into the cellulosic network of the fibres.

RESUMEN

Unas fibras de algodón cosechadas en África del Oeste dejan depósitos pegajosos sobre tirinas de hilatura open-end. Los autores intentan determinar el origen y la naturaleza de estos depósitos por el análisis químico. Tres fracciones, liposoluble, insoluble e hidrosoluble están separadas.

Las dos últimas fracciones están particularmente analizadas. La abundancia de materias orgánicas indica que el depósito pegajoso tiene un origen esencialmente biológico. El análisis cromatográfico en fase gaseosa

de la fracción soluble denota la presencia de azúcares y de polioles. Muchas materias minerales están identificadas en la fracción insoluble. Los resultados permiten reconstituir la formación del depósito pegajoso: secreción de excrementos pegajosos por insectos, depósitos de detritos vegetales, de arena y de polvo traídos por vientos violentos; incrustación de estas impurezas debida a una recolección tardía.