

LES APPLICATIONS TEXTILE : CHARDONNET et le PREMIER TEXTILE ARTIFICIEL	1
Les précurseurs.....	1
Chardonnet et la sériciculture en France	2
La soie du comte de Chardonnet	3
Le procédé de filature de Chardonnet	5
La Société pour la Fabrication de la Soie de Chardonnet. Heurs et malheurs de la société bisontine.....	6
Développement du procédé Chardonnet à l'étranger	8
Avantages et inconvénients de la Soie Chardonnet.....	9
Les tentatives d'amélioration du procédé Chardonnet en France.	9
L'émergence de nouvelles fibres artificielles concurrentes	12
L'apport de Chardonnet	13
Document 1 : Brevet d'invention Chardonnet.....	14
Document 2 : Première cage à filature	15
Document 3 : "Beccs" du procédé de filature de Chardonnet.....	16
Document 4 : Chardonnet et Usine des Prés de Vaux	17

LES APPLICATIONS TEXTILE : CHARDONNET et le PREMIER TEXTILE ARTIFICIEL

Les précurseurs

Dans son brevet français 22.163 du 27 janvier 1855 (*Nouvelle substance filamenteuse dite "soie végétale"*), G. Audemars, de Lausanne, propose d'utiliser le collodion pour tirer un fil continu susceptible d'être utilisé comme la soie. La matière première provient de l'aubier de mûrier dont on a dégagé, en partie, la "soie végétale" par une série de traitements chimiques (cuisson alcaline, cuisson dans d'autres bains successifs : eau de "savon blanc", l'eau acidulée, mélange alcali volatil-esprit de vin, eau de Javel), puis mécaniques. Ensuite, on la trempe durant quinze minutes dans une solution de nitrate de potassium pour obtenir une "soie végétale explosible", puis le produit de réaction est dissous dans un mélange alcool-éther auquel est ajoutée une solution éthérée de caoutchouc. "On trempe une pointe d'acier dans le mélange liquide et l'on retire la pointe ; un fil délicat se produit. On attache le bout du fil à un dévidoir convenable et l'on file. Cette soie végétale liquide et filée, ainsi obtenue, est aussi belle, aussi élastique, aussi éclatante et presque aussi forte que la soie animale."

L'originalité de la proposition du compatriote de Schönbein est d'utiliser un collodion préparé à partir de "ligneux" pour tirer un fil de soie. Car l'idée même de fabriquer des fils à partir d'une solution gélatineuse avait été évoquée, sommairement il est vrai, par Robert Hooke en 1654 (*Micrographia of some physiological description of minute body*), puis par Réaumur en 1734 (*Mémoire pour servir à l'histoire des insectes*) : "La soie n'étant qu'une gomme liquide qui se dessèche, ne pourrions-nous pas, nous-mêmes, faire de la soie avec nos gommés et nos résines ?" D'ailleurs, "pendant que je tenais sur le feu certaines compositions de gommés résineuses, je me suis diverti quelquefois à en tirer des fils aussi longs que je le voulais".

Les essais d'Audemars sont restés apparemment sans suite, probablement faute de motivation suffisante. La demande industrielle arrivera quelques années plus tard, avec le développement de l'électricité. Davy, en Angleterre, découvre l'arc électrique et Foucault, en France, l'étudie. Les perfectionnements techniques, notamment la régulation automatique de l'écartement des électrodes de charbon, rendent fiable cette puissante source lumineuse, mais son usage reste limité à des situations exceptionnelles : éclairage de chantiers, illumination de monuments; L'électricité apporte un moyen d'éclairage intéressant dont les emplois sont cependant restreints. L'ampoule à incandescence est d'un intérêt d'une tout autre dimension.

Le principe est simple: un filament résistant, fixé aux bornes de deux conducteurs, est porté à incandescence dans une enceinte de verre maintenue sous vide poussé. Les problèmes techniques sont nombreux. Celui qui nous intéresse ici concerne le filament résistant. Les premiers essais, avec un

filament de platine, datent de 1844 (De Molyens, en Angleterre). Mais ces essais, et d'autres qui les ont suivis, ne permettent pas d'accéder à une solution viable. C'est Edison qui – dans le cadre des ses recherches sur l'influence des traitements sous vide à hautes températures sur certains corps solides – découvre l'intérêt des fils obtenus par carbonisation sous vide de certaines fibres végétales : ses premières lampes sont équipées d'un filament carbonisé de bambou du Japon. Edison présente ses ampoules à l'Exposition Universelle de 1881 : le succès est considérable. Conscients de l'importance du marché, d'autres cherchent à trouver un mode de fabrication plus pratique, plus industriel et, en particulier, à remplacer le bambou du Japon par une substance moins exotique. C'est dans un esprit de concurrence que Weston, en Angleterre, s'intéresse en 1883 à des fils (gros, ni solides, ni élastiques) obtenus à partir d'un collodion nitrocellulosique. Il est suivi par J.W. Swan. Ce dernier, dans le brevet anglais 5.978 (1883), décrit l'extrusion d'une dissolution de nitrocellulose dans l'acide acétique, à travers une filière multi-trous. Il constate incidemment que ces fils brillants sont susceptibles d'une application textile: il en fait la démonstration le 4 décembre 1884 à l'assemblée générale de la Chemical Society et, la même année, à l'exposition des inventions de Londres où il présente "*quelques échantillons de soie artificielle, un nouveau filament fabriqué par pressage de pyroxyline à travers une matrice*". Un industriel, lord Masham, en tente l'industrialisation, mais c'est un échec.

Chardonnet et la sériciculture en France

C'est une tout autre démarche, appuyée sur une tout autre motivation, sans lien avec les problèmes de filaments électriques, qui anime le comte de Chardonnet. Elle se fonde sur une réflexion inspirée par les problèmes contemporains de la sériciculture, réflexion qui le conduit à aborder de front le problème du remplacement de la soie naturelle par un produit fabriqué artificiellement.

L'élevage des cocons du *bombyx mori* et le tissage de la soie sont, au 19^e siècle, un facteur capital de l'économie du sud-est de la France. C'est une source de richesse importante pour le Gard, l'Hérault, les Cévennes, la Provence, la vallée du Rhône, le Dauphiné. Mais, florissante au début du siècle, la sériciculture est confrontée maintenant à de graves difficultés. En effet, entre 1820 et 1830, la production annuelle de cocons de vers à soie en France est en moyenne de 7 millions de kilogrammes ; au cours des années suivantes, elle se développe fortement et régulièrement pour atteindre 26 millions en 1853. À cette époque, la culture du cocon fait vivre de 300.000 à 350.000 personnes. C'est l'apogée. Mais une culture incontrôlée favorise le développement des maladies spécifiques, dont la pébrine est l'exemple le plus fréquent en France, et brise cette expansion historique. Grâce aux recherches qui portent en particulier la marque de Pasteur, la production qui était tombée à 7 millions de kilogrammes remonte à 11 millions dans les années 70 pour retomber à 2,5 millions en 1876, conséquence de la Grande Dépression et de la chute des cours de la soie naturelle. Les tonnages repartent quelque peu à la hausse : ils abordent le changement de siècle avec une moyenne de 7 millions de kg. Ces fluctuations et, en définitive, ce déclin tirent leur origine de deux causes : c'est dans un premier, comme indiqué plus haut, l'apparition de la pébrine qui affecte considérablement les récoltes de cocons ; c'est ensuite la concurrence qui prend le relais avec les soies importées d'Italie et d'Espagne d'abord, d'Extrême-Orient ensuite, à des prix bien inférieurs à ceux des soies françaises.

Hilaire de Chardonnet est, par ses origines, un homme attaché au monde agricole. Par sa femme, il est propriétaire à Charette, village du Dauphiné où se pratique la culture du cocon. Sa propre famille est originaire de la région lyonnaise où il a toujours des attaches : Lyon, c'est le tissage de la soie, ce fil sans égal chargé de symboles où se mélangent le luxe, le pouvoir et l'art à travers brocarts, velours, tissus chatoyants qui font l'orgueil et la richesse de la ville et de ses environs. C'est un homme passionné de recherches et de sciences, doté d'une solide formation scientifique acquise à l'École Polytechnique. C'est aussi un aristocrate idéaliste, ayant le souci du bien commun. Toutes ces raisons justifient que – en réponse à la demande du comte de Chambord – il se soit intéressé, vers 1865, au problème de la pébrine qui ruine la sériciculture. Il découvre l'intérêt que présenterait une fabrication d'un fil textile identique à la soie pour alimenter les "piss-tan-clac" de la Croix-Rousse et d'ailleurs et pour "*réduire ce lourd tribut de 150 à 200 millions de francs que l'industrie paye actuellement à l'extrême Orient*". Mais l'idée ne prend corps – et ne devient expérience – que dix ans plus tard à la

suite de la visite de la papeterie Weibel de Novillars, près de Besançon (Doubs). À la même époque, il effectue des recherches d'optique qui ont dû participer à sa réflexion. *"Me proposant d'imiter l'éclat soyeux, j'ai dû d'abord en rechercher les conditions scientifiques : j'ai reconnu que le fil doit être fin, homogène et transparent, de façon que la lumière joue dans l'intérieur comme dans un diamant : les fils de verre, de gélatine, de sucre présentent ces propriétés. Mais il faut aussi que ces filaments offrent une solidité, sinon égale, au moins comparable à celles de la soie. J'ai essayé, je crois, toutes les catégories de substances filables connues, depuis le verre jusqu'au sérum de sang ; je n'ai rencontré les qualités requises que chez les fils de collodion ; je me suis donc forcément attaché à l'emploi de cette substance"*. Demoment rapporte l'instant de la découverte de ce collodion : *" On employait alors en photographie le procédé au collodion. Sur les plaques de verre, on étendait une couche du mélange visqueux. Un jour qu'il maniait une de ces plaques, Chardonnet, par mégarde, l'inclina trop et retint au bout d'un doigt... un fil de collodion. Ce fil s'étirait à volonté : "J'ai trouvé ! J'ai trouvé!" s'écria-t-il en parcourant le laboratoire et même la salle voisine. Qu'avait donc trouvé le nouvel Archimède ? La possibilité de réaliser son invention au moyen du collodion qu'employait le photographe. Cet événement a dû se produire au mois de juin 1883."* Cette découverte fixe définitivement le choix de Chardonnet. Mais pour important que soit le fait lui-même, il ne représente que l'élément anecdotique d'une œuvre qui a nécessité, pour aboutir industriellement, *"toute une série d'études, de découvertes et d'inventions"* : *"Cette invention n'est pas un effet du hasard ; l'étude des œuvres de la nature, l'expérience et le raisonnement ont été mes guides les plus sûrs."* Elle témoigne de l'importance déterminante du rôle joué par le collodion commercial.

La soie du comte de Chardonnet

Le 6 mai 1884, le comte de Chardonnet dépose à l'Académie des Sciences le pli cacheté *"Sur une matière textile ressemblant à la soie"*, qui sera ouvert le 7 octobre 1887 : C'est la base du procédé.

"On fait une dissolution de trois grammes de cellulose nitrée dans 100 à 150 cm³ d'un mélange à parties égales d'alcool et d'éther éthylique. On ajoute 2,5 cm³ d'une solution filtrée au 1/10 de protochlorure de fer sec du commerce dans l'alcool. Le protochlorure de fer peut être remplacé par le protochlorure d'étain. J'ajoute ensuite 1,5 cm³ d'une solution d'acide tannique dans l'alcool. Le tout est filtré dans un appareil fermé à l'abri de l'évaporation.

Cette liqueur est placée dans un réservoir vertical portant en bas un bec de chalumeau horizontal. Cette tuyère, en verre étiré ou en platine, est de forme conique aiguë. L'ouverture doit être de 0,1 à 0,2 mm. L'épaisseur du bord ne doit pas excéder 0,1 mm. Le chalumeau déborde dans une cuve pleine d'eau acidulée par 0,5 % d'acide nitrique monohydraté. Le niveau étant dans le réservoir de quelques centimètres plus haut que dans la cuve, l'écoulement se produit facilement. La veine de fluide prend immédiatement la consistance dans l'eau acidulée et peut être tirée dehors par un mouvement uniforme. Le fil ainsi formé doit être séché rapidement durant son trajet à travers l'espace où circule un courant d'air sec, non chauffé, et peut être roulé dès qu'il est sec. Le fil ainsi obtenu est gris noir. On peut introduire un bon nombre de substances colorantes solubles dans la solution éthérée et obtenir des fils de toutes les couleurs. Il est transparent, souple, cylindrique ou aplati ; l'aspect et le toucher sont soyeux. Le diamètre est de 12 à 20 microns. La charge de rupture est de 20 à 25 kg/mm (Quelques échantillons ont porté 30 kg/mm). Il brûle sans que le feu se propage. Chauffé en vase clos, ce fil se décompose lentement. Il est inattaquable par les acides et les alcalis à moyenne concentration, par l'eau froide, l'eau chaude. Insoluble dans l'alcool et l'éther, il se dissout dans l'alcool étheré à l'acide acétique.

On peut rapprocher plusieurs de ces filières, tirer un fil multiple et obtenir des trames et des organsins directement utilisables ; les brins réunis au sortir des becs adhérent assez fortement pour cela. D'ailleurs, on peut ajouter dans le liquide tel apprêt que l'on voudra. Le regroupement de plusieurs fils a aussi l'avantage de remédier les accidents du filage. Si le fil s'interrompt, un dispositif mécanique spécial doit le ramener au contact des fils voisins pour qu'il soit entraîné à nouveau. La cellulose et l'acide nitrique, sulfurique, tannique, les chlorures de fer et d'étain, l'éther et l'alcool nécessaires rendraient cette fabrication trop chère s'il n'était pas facile dans des appareils convenablement construits de récupérer les produits évaporés pendant le filage. On neutralise les liqueurs et les vapeurs par le carbonate de chaux et l'on récupère l'alcool et l'éther sauf les déchets inévitables. On peut aussi filer la matière dans un demi d'eau et d'alcool, mais les interruptions sont

plus fréquentes. On construit actuellement les appareils nécessaires pour filer cette nouvelle sorte de soie en quantité suffisante et faire des essais de tissage."

En août 1884, Chardonnet "*obtenait des milliers de mètres de fils*".

Quelque temps après ce pli cacheté, est déposé un brevet sur "*la fabrication de la soie artificielle par le filage des liquides*" (BF 165.349, 17 novembre 1884). C'est le premier d'une longue série qui occupera quasiment toute la vie de l'inventeur (Cf. Annexe 1). Pour mettre au point le procédé et le rendre industriel, Chardonnet devra résoudre un nombre considérable de problèmes et maîtriser toutes les étapes du procédé depuis la préparation de la matière première jusqu'à l'enroulement sur la bobine destinée au client tisseur :

- le choix et le traitement du matériau cellulosique de départ : fibres de coton, pâtes de bois d'essences diverses.

- la nitration de la cellulose. Elle doit être particulièrement homogène. Chardonnet définit un contrôle de qualité : l'homogénéité de la nitration est vérifiée par un examen de la biréfringence optique. C'est là le résultat pratique des recherches et études analytiques qu'il mène parallèlement à ses activités chimiques et technologiques. Le taux de nitration, de l'ordre de 12 %, correspond à la cellulose dite octanitrique ; Chardonnet, en effet, est conduit à partager les conclusions de Vieille sur le classement des différents types de nitrocellulose (L'étude polaroscopique démontre la réalité absolue de l'échelle de nitration établie par Vieille) et à affirmer, avec conviction, que "*les nitrations intermédiaires n'existent pas*". Par ailleurs, un peu plus tard, vers 1893, il mettra en évidence des différences de comportements suivant que la nitrocellulose est séchée avant emploi ou utilisée humide, ce qui l'amènera à parler d'hydrate de nitrocellulose.

- le collodion. Il est préparé par malaxage du mélange de pyroxyle avec l'alcool éthylique à 90°B, et l'éther à 65°B. Il doit être particulièrement propre, exempt de parties insolubles. La purification par filtration est étudiée et mise au point : le dispositif est constitué par une couche d'ouate entre deux gazes légères, reposant sur des grilles métalliques à trous coniques. Avec un tel collodion, Chardonnet peut "*étirer des fils ininterrompus de plus de 40 kilomètres*".

- le filage du collodion. La mise au point de la machine de filage proprement dite a nécessité la construction de trois prototypes successifs ; il a fallu résoudre les problèmes de bouchage des filières, de leur remplacement en cours de marche, de reprise du fil cassé. Pour le moulinage, qui permet de torsader plusieurs fils pour obtenir les fils retords plus solides, la technique utilisée pour la soie naturelle est adaptée à la fabrication du fil artificiel. Le bobinage a été particulièrement étudié : dispositif de croisement des fils, disposition des bobines, remplacement mécanique des bobines pleines, bobines à ailettes rétractables, etc.

- la diminution de l'inflammabilité des fils de nitrocellulose. Elle s'est révélée rapidement un défaut majeur. Dès son premier brevet, Chardonnet fait appel à des ajouts, sous forme d'apprêt incombustible où entrent la gélatine, la glycérine, le sucre. Mais la seule solution satisfaisante est de dénitrer, solution antiéconomique, mais passage obligé auquel Chardonnet ne se résout que difficilement en tentant, sans résultats satisfaisants, une dénitrification partielle, au stade dit tétranitrique. Outre la réduction de l'inflammabilité, la transformation apporte cependant des avantages importants. Le fil de nitrocellulose est "*raide, imperméable à l'eau, ayant l'aspect d'un vernis desséché, parfaitement transparent, vitreux. Le fil dénitré, au contraire (est) souple, hyalin, d'un brillant superbe*". C'est un produit différent, moins solide, moins élastique, sensible à l'humidité, mais doué d'un éclat supérieur à celui de la soie naturelle.

- la récupération des solvants, point crucial de l'économie du procédé.

- la teinture dont la mise au point nécessite la collaboration avec plusieurs teinturiers dont François Gillet, d'Izieux.

Mais, "*l'âme de la machine*", selon Chardonnet lui-même, c'est la filière. C'est un "bec" constitué par un capillaire en verre (diamètre intérieur compris entre 0,1 et 0,16 mm, diamètre extérieur compris entre 1 et 2 mm). A l'origine, l'extrémité aval plonge directement dans un bac d'eau. Ensuite, le capillaire est positionné au centre d'un tube de verre qui dépasse de quelques millimètres l'extrémité de la filière. Le collodion est poussé sous pression à travers ce capillaire. Le tube extérieur

est alimenté en eau. Le collodion débouche dans ce courant d'eau où il se solidifie sous forme d'un fil. A la sortie du capillaire, "une pince semi-automatique le prend et le porte sur des bobines tournant au-dessus. Les fils provenant des becs voisins sont réunis sous forme de grèges. Chaque bec est muni d'un obturateur pour régler la grosseur du fil".

Cette filière est probablement ce fruit "*des études des œuvres de la nature*" qu'a récolté Chardonnet au cours de ses observations de la chenille du bombyx. Il note, en effet : "*Le fil de grège, formé de deux brins de fibroïne reliés par le grès, serait, selon moi, le produit de deux sécrétions différentes ; la fibroïne préexisterait dans les organes de la soie ; le grès serait émis par les lèvres des filières : le contact des deux liquides amènerait leur coagulation. Je me permets d'attirer sur ce point l'attention des naturalistes.*" Ces remarques étaient fondées : les connaissances actuelles sur le processus de production du fil de soie en témoignent. La tête de la chenille du ver à soie est équipée (outre les organes visuels, tactiles et masticateurs) d'une filière dont une partie renflée est pourvue de muscles susceptibles d'en dilater l'ouverture, donc de modifier le diamètre de fil, rôle joué par l'obturateur de Chardonnet. La fibroïne qui constitue la soie est produite par deux glandes fonctionnant en parallèle, sécrétant sur leurs parois une substance protéinique, la séricine. La fibroïne, enrobée de séricine, est forcée dans la filière formée d'une substance dure, chitineuse. La filière est le lieu où se réunissent les deux filaments primaires (brins) venant des deux appareils producteurs ; ils sont extrudés sous forme d'un seul filament pâteux qui se solidifie à la sortie de la filière (la bave) sous l'action conjuguée de la pression, de l'air et d'une substance acide.

Le procédé de filature de Chardonnet

Après les tâtonnements initiaux et les mises au point successives, le procédé de Chardonnet devient, dans ses grandes lignes, le suivant :

- le produit cellulosique (coton cardé essentiellement ou pâte de bois traitée et épurée) est nitré par un mélange d'acide nitrique (densité 1,3), 9 litres, et sulfurique (densité 1,835), 15 litres, à 28-30°C., durant 12 à 14 heures. D'autres auteurs rapportent des chiffres sensiblement différents : acide nitrique monohydraté, 15 parties en poids, acide sulfurique ordinaire, 85 parties. L'opération est conduite dans les appareils déjà connus pour la nitration du coton ; les pots cylindriques en grès (4 kg de coton pour 35 litres du mélange des acides). Le point important et original est le suivi des opérations par les deux contrôles analytiques : dosage volumétrique d'oxyde d'azote NO (méthode de Schloessing) qui indique le taux global de nitration, observation au microscope polarisant entre nicols qui permet de juger de l'homogénéité de la réaction. Avec les taux de nitration croissants, les fibres passent du gris au jaune, violet, bleu. La teinte bleue correspond au taux de nitration souhaitée (cellulose octanitrique). Le produit nitré est pressé à la presse hydraulique, égoutté, lavé dans une pile à papier, blanchi. Le mélange des acides est récupéré, rechargé en acides "frais" et réemployé. La nitrocellulose est essorée. Le taux d'eau est alors de l'ordre de 25-36%. Elle peut être soit séchée à l'alcool, soit utilisée en l'état sous forme de "pyroxyle hydraté".

- l'une ou l'autre des qualités est dissoute dans le mélange alcool éthylique-éther (40/60). La dissolution est effectuée dans un autoclave cylindrique tournant autour de son axe horizontal (durée : 15 à 20 heures). Dans les premiers essais, la concentration du collodion était faible (de l'ordre de 3%). Mais, pour réduire l'importance relative des pertes en solvant, Chardonnet s'est orienté vers des collodions concentrés à 20/25% d'extrait sec, avec comme conséquence la nécessité de travailler avec de fortes pressions en amont de la filière (jusqu'à 50 bars). Cette dernière contrainte a conduit à rechercher les moyens de réduire la viscosité, à concentration égale, donc à modifier la relation viscosité-concentration. L'ajout de certaines substances s'est révélé bénéfique (BF 231.230). Le mélange alcool méthylique-éther peut, semble-t-il, être remplacé par le système plus économique : l'alcool méthylique contenant 2 à 4% d'alcool éthylique et 2 à 4% d'éther.

- le filage est effectué à travers la filière en verre décrite plus haut, qui débouche dans un bain d'eau. Sous 40 bars, le fil de collodion sort à 50 mètres/minute ; le filament élémentaire titre 12 deniers. Il s'est avéré que le bain d'eau pouvait être évité lorsque le collodion est préparé avec la nitrocellulose hydratée parce que "*le collodion renfermant l'eau de combinaison du pyroxyle hydraté se raffermirait rapidement à l'air*" (BF 231.230). Le filage, à l'origine, était un filage par voie humide ; il

évolue vers le filage à sec. Dans la pratique, les deux systèmes, à sec et à l'humide, qui présentent chacun des avantages et des inconvénients, semblent avoir coexisté.

- à la sortie du filage, les brins (10 à 30) sont réunis pour former le fil désiré qui est ensuite retordu, mouliné et mis en flotte. Les écheveaux sont trempés durant 1 heure dans un bain de monosulfure de calcium (8 kg) et de sulfate d'ammonium (4 kg) dans 100 litres d'eau à 20-30°C, pour dénitrer. Chardonnet préparait lui-même le monosulfure de calcium par chauffage à 1.000°C, dans des cornues, d'un mélange de plâtre et de charbon broyé. Plus tard, l'entreprise bisontine se fournira auprès de la Société Saint-Gobain à Saint-Fons. D'autres systèmes ont été préconisés dans les brevets, notamment l'addition de protochlorure de fer pour éviter la perte de poids

Après ses premiers essais de filage, Chardonnet déclare des propriétés dynamométriques du fil sensiblement équivalentes à celles de la soie naturelle, 25 à 30 kg/mm. Les produits industriels et surtout les produits dénitrés présentent cependant des valeurs nettement inférieures et même très modestes pour les échantillons humides, comme on peut le constater d'après le tableau suivant :

Filés à 100 deniers ¹	Résistance à la rupture (poids en gramme)	allongement à la rupture %
Soie naturelle	300	18
nitrocellulose filée	150	23
Soie dénitrée et séchée	110	8
Soie dénitrée mouillée	32	

A l'Exposition Universelle de 1889, Chardonnet présente la petite machine à filer décrite dans le Brevet Français N°199.494. L'invention est spectaculaire. C'est un succès, au moins d'estime. Le Grand Prix est décerné au comte : le filage des solutions de nitrocellulose et l'obtention de fils artificiels sont salués par la communauté scientifique internationale comme une découverte majeure. Dans le *Livre d'Or de l'Exposition*, on peut lire : *"Quel que soit l'avenir de cette nouvelle fabrication, on ne peut s'empêcher d'admirer l'ingénieuse simplicité de l'idée et de l'exécution. Et à voir les spécimens d'étoffes brochées, de pièces de soie, les chasubles exposées avec cette soie artificielle, par MM. Perret et Chapenel de Lyon, on ne peut douter de l'avenir brillant réservé à cette nouvelle fabrication qui fait tant d'honneur à M. de Chardonnet."* L'accueil des industriels est plus réservé : *"Nous qui avons assisté à l'élaboration (...) de la soie de Chardonnet, un peu avant 1889, nous rappelons encore les quolibets dont les producteurs de soie naturelle abreuvaient le produit alors nouveau. Le Grand Prix dont on récompensa l'inventeur à l'Exposition Universelle fut considéré par eux comme un scandale"*.

La Société pour la Fabrication de la Soie de Chardonnet. Heurs et malheurs de la société bisontine.

Après sept années de travaux, d'inventions et de mises au point, Chardonnet considère que son procédé est viable et décide de l'industrialiser. Le 3 décembre 1890 sont enregistrés à Besançon par J.B.Weibel, manufacturier à Novillars, les statuts de la Société Anonyme pour la Fabrication de la Soie Chardonnet, au capital de 6 millions de francs. L'usine est construite à Besançon, au lieu-dit Les Prés-de-Vaux. Elle est équipée de 25.000 becs de filage en verre (dont 10.000 ont été soufflés par Chardonnet lui-même) pour produire 1 tonne/jour de fil. La fabrication démarre le 1^{er} juin 1892. C'est un échec financier : la fabrication n'est pas rentable, la société perd de l'argent. Les causes en sont diverses. Le prix de revient de la nouvelle fibre est trop élevé, notamment en raison du coût des solvants. L'alcool et l'éther sont des substances très volatiles et les pertes par évaporation sont importantes. L'alcool éthylique est un produit cher, très fortement taxé par l'Etat. L'opération de dénitrification est, en fait, une perte de substance. De plus, si elle n'est pas totale, comme ce fut le cas au début, les produits restent sensibles au feu et la teinture s'avère délicate. Les clients deviennent réticents et la production journalière prévue est loin d'être atteinte. Il est vrai que l'on avait péché par un optimisme excessif en prévoyant une installation susceptible de produire 1.000 kg/jour Il est

¹ Denier : poids, en milligrammes, de 9 mètres de fil

frappant, en effet, de comparer ce chiffre aux capacités des fabrications concurrentes ultérieures : de l'ordre de 20 à 200 kg/jour suivant les sociétés. La production est, elle-même, dangereuse ; les accidents (incendies et explosion d'un malaxeur) contribuent à dramatiser la situation. De plus, le cours de la soie naturelle qui s'était stabilisé durant les années 1885-1890, a repris son allure décroissante. Le conseil d'administration met en cause Chardonnet dans son rapport accompagnant le bilan de l'année 1893 : "*La découverte du fil de soie artificielle dont on ne peut méconnaître tout le génie de l'invention ne suffirait pas à le rendre industriel et c'est là que s'est étrangement trompé M. de Chardonnet (...) Lorsque M. de Chardonnet a livré ses brevets à votre société, sa découverte n'était encore que théorique et ne pouvait pas entrer dans le domaine de la pratique.*" Il est écarté de la société dont il était directeur technique. Après donc de nombreuses vicissitudes, de péripéties, de travaux pour rationaliser le procédé, grâce aussi à la réduction des droits d'accises frappant l'alcool (16 mars 1897), la rentabilité arrive. Mais Chardonnet n'a plus aucun intérêt dans une société qui porte son nom et dont il a dû brader ses actions à un prix dérisoire pour payer ses dettes. Il continue à travailler pour améliorer son procédé, comme en témoignent les brevets déposés à son nom et à celui de sa fille Anne, brevets dont la Société de Prés-de-Vaux reste bénéficiaire et qui, pour l'essentiel, ne modifient pas le procédé de base, mais qui visent à en améliorer la rentabilité (récupération des solvants, additifs pour augmenter la fluidité des collodions, traitement de dénitrification et ignifugation). Il participe au démarrage des usines étrangères (Speitenbach, Pavie, Sarvar) et, à 80 ans, quelques années avant sa mort, il participe encore à la fondation de la Société La Soie de Rennes. Entre temps, il s'est passionné aussi pour d'autres questions d'actualité qui n'ont rien à voir avec le textile et sur lesquelles il dépose encore plusieurs brevets : l'aviation (construction de moteurs légers), l'automobile. Il meurt le 11 mars 1924, honoré et ruiné.

L'usine de Besançon a trouvé son équilibre financier à partir de 1898 : la production augmente ainsi que les bénéfices.

Production de l'usine de Prés de Vaux			
Année	Production journalière (kg)	Production annuelle (tonnes)	Références
1891		12	Leeuw : Les soies artificielles, Béranger 1927
1894	100		Ind.Text. 73 1904
1895	200		Fauquet : Histoire de la rayonne Armand Colin 1960
1896		60	Cahiers CIBA
1896		20	Fauquet : Histoire de la rayonne Armand Colin 1960
1898	150		Rev.Gén.Sciences 569 1898
1904	1500		Ind.Text. 73 1904
1914	1300		Robert : L'Industrie de la Rayonne Ed.Ind.Textile 1943

S.A. de la Soie de Chardonnet. Bénéfice net. (<i>Ind.Text 43 1904, Ind.Text 1908</i>)	
Année	Francs
1898	202.198
1899	767.634
1900	301.131
1901	618.449
1902	757.469
1903	2.410.879
1904	4.401.000
1905	1.678.000
1906	588.000
1907	1.200.000

Les excellents résultats de la Société de Besançon, maintenant que la fabrication est plus fiable, plus économique, plus diversifiée vers les bas titres, encouragent les initiatives industrielles concurrentes, d'autant plus que les brevets de base tombent dans le domaine public. C'est, en 1904, la fondation de la Soie de Fismes (Aisne) par Maurice Denis, ancien directeur des Prés-de-Vaux, qui installe des positions de filage (capacité 500 kg/jour) dans l'usine de filature textile de son père. L'affaire, réalisée en accord avec la société bisontine, capote rapidement. La même année, les frères Lumière avec Victor Planchon comme directeur technique montent à Feyzin, près de Lyon, où se fabriquent les pellicules nitrocellulosique pour la cinématographie, une unité de production de produits textiles ou paratextiles notamment les Feyzinette (crin) et Eclatine (lames obtenues par calandrage de fil ou crin) vendus par la Société Commerciale des Textiles Artificiels Lyonnais (capacité de l'ordre de 500 kg/jour). Il faut citer également en 1904, la Soie de Beaulieu, la Soie Artificielle Valette et, beaucoup plus tard, la Soie de Rennes (1919) citée précédemment, la Soie d'Amiens (1928). Toutes semblent avoir connu une existence très courte.

Développement du procédé Chardonnet à l'étranger

C'est surtout à l'étranger que se développe le procédé Chardonnet. Les pionniers y sont principalement de Baudry d'Asson et Lehner. Le comte Armand de Baudry d'Asson, aristocrate vendéen et fervent royaliste comme Chardonnet, avait sollicité et obtenu de ce dernier la licence de son procédé pour l'étranger. À la suite de quoi, il monte en 1893 à Spreitenbach en Suisse, avec l'aide d'un groupe de banquiers et l'assistance technique de Chardonnet, une unité de filage, dont le directeur est Lehner. Il la cède pour fonder en 1899 en Belgique, avec la société Davenport et Cie, la Fabrique de Soie de Chardonnet qui prend le nom de Fabrique de Soie Artificielle de Tubize l'année suivante. C'est une importante unité qui, dès 1901, produit déjà autant que l'usine de Besançon, soit de l'ordre de 800 tonnes et distribue des bénéfices. Elle implante plusieurs usines à l'étranger : en Allemagne à Barmen, le grand centre du textile près d'Elberfeld ; en Russie à Tomaszow, la Fabrique Russe de Soie Artificielle ; et beaucoup plus tard, en 1921, aux Etats-Unis, The Tubize Artificial Silk Company of America. En 1892, le docteur Lehner installe une unité de filage (The Lehner Artificial Silk Cy) à Glattburg, près de Zurich, pour exploiter ses propres brevets. En 1898, à Wolston, près de Coventry, en Angleterre, est fondée The New Artificial Silk Company.

1899 et 1900 sont les années charnières : l'époque des pionniers est révolue. Le fil de Chardonnet est rentable : on entre dans la phase de production industrielle avec la création de nombreuses entreprises. En 1900, en Allemagne, la Vereingte Kunstseide Fabriken AG de Francfort installe un atelier important à Bobingen, un autre en 1903 à Kelsterbach et rachète les usines suisses de Spreitenbach et Glattburg. En 1904 est fondée en Belgique la Fabrique des Soies Artificielles d'Obourg dont la direction technique est assurée par Maurice Denis qui vient de quitter la Soie de Fismes : la capacité au démarrage est de 1000 kg/jour. La même année, Chardonnet installe une fabrication en Russie à Tomaszow (Pologne annexée) ; une autre en Hongrie à Sarvar, la Magyar Chardonnet Selyemgyar RT (rachetée par la Tubize) ; une autre encore en Italie à Padoue, la Soie Italienne de Chardonnet (reprise en 1907 par la société italienne Cinés).

Cette liste n'est pas exhaustive. D'autres sociétés plus modestes ont également filé du collodion (en particulier en Belgique : Soie de Maransart, Société Anonyme de Droogenbosch Ruysbrock, plus tard la S.I.T.A. à Ecaussone), sans compter les nombreuses sociétés éphémères, les échecs anglais, les tentatives avortées de Chardonnet et autres (Otto B. Shuffhoff Cy) en Amérique du Nord. Malgré un bilan économique contrasté et les déboires de certaines d'entre elles, leur nombre témoigne de l'intérêt du procédé industriel et de la valeur commerciale du produit, illustrés aussi par les chiffres de production des unités étrangères les plus importantes :

Bobingen	capacité	1.500 kg/jour
Tubize	production	4.000 kg/jour en 1913
Obourg	production	5.000 kg/jour en 1914

Avantages et inconvénients de la Soie Chardonnet

Comparée à la soie naturelle, la soie au collodion présente des inconvénients qui restreignent son usage dans de nombreuses applications. Conséquence de la dénitration, la résistance mécanique, surtout à l'humide, est très inférieure à celle de la soie ; les fils, au début, sont moins fins et, de plus, irréguliers ; la teinture est sensible à la présence de groupes nitrés résiduels qui empêchent l'unisson ; le poids spécifique est supérieur à celui de la soie naturelle. Ces défauts et ses qualités – prix, brillant – orientent ses emplois vers des articles particuliers, la dentelle à la main, la passementerie (tresse, galon, soutache), tous articles travaillés dans la région de Saint-Etienne et de Saint-Chamond. Pour les tissus, les espoirs sont déçus : élasticité insuffisante pour résister à la tension lors du tissage, impossibilité d'emploi en chaîne. C'est donc à l'étranger, en Belgique, que les premiers tissus sont fabriqués. Car Lyon – qui ne pense qu'aux fils fins, aux tissus riches et au brillant discret – considère la soie artificielle comme "seconde" et ne s'y intéresse pas avant 1919. Quand la Fabrique Lyonnaise accepte la soie artificielle, elle veut lui donner un nom qui la distingue de la soie et qui honore son inventeur : la Chardone. Trop tard : à l'heure où la viscosse devient reine, les Américains ont imposé le leur, la « rayonne » (Rayon).

Les tentatives d'amélioration du procédé Chardonnet en France.

Chardonnet a consacré sa vie à l'amélioration du procédé de 1884. Les brevets qu'il a déposés sont des tentatives de réponses aux faiblesses techniques et économiques du procédé initial. L'analyse des brevets des autres chercheurs et sociétés travaillant sur le procédé au collodion (Cf. Annexe 2) confirme l'identité de leurs préoccupations : ils ont été confrontés aux mêmes problèmes et se sont attaqués aux mêmes tâches, en préconisant des solutions différentes. Ces tâches, pour l'essentiel, concernent le domaine des solutions de nitrocellulose et celui de l'ignifugation et de ses conséquences. Donc, la faisabilité industrielle du procédé étant établie, comme il est de règle dans ce cas, d'autres chercheurs préconisent d'autres moyens, d'autres solutions qui, éventuellement, se développent et fructifient sur les brisées des premières découvertes : celles de Chardonnet n'y dérogent pas. Ces progrès vont se développer sur deux terrains, successivement : celui de la soie au collodion dont Chardonnet a vérifié l'intérêt, puis celui des autres soies cellulosiques dans la mesure où apparaissent des moyens, nouveaux ou non, permettant de mettre en solution la cellulose par des voies différentes de la nitration, et d'obtenir "*des solutions liquides*".

Le collodion de Chardonnet présente l'inconvénient d'être constitué d'un mélange 50-50 d'alcool éthylique-éther sulfurique. L'éther sulfurique est un produit cher dont le point d'ébullition bas favorise les pertes au cours des opérations de filage. Un premier objectif est de récupérer cet éther dans les meilleures conditions. Maurice Denis imagine un procédé de filage dans lequel le fil extrudé est immédiatement plongé dans un bain d'eau chaude dont la température est telle que l'éther se sépare immédiatement de l'alcool. Oberlé file sous vide. Pour minimiser les pertes, on peut envisager de réduire la quantité de solvants mis en œuvre en opérant avec des solutions concentrées (Lehner, Lumière, Tubize). L'utilisation de concentrations élevées, donc de solutions très visqueuses, impose des pressions importantes en amont de la filière, jusqu'à 50 bars, donc un équipement et une technologie adaptée et contraignante. L'addition au collodion de certaines substances (notamment des acides minéraux ou des dérivés d'acides gras organiques) permet d'abaisser la viscosité à concentration donnée. L'effet est certain, mais insuffisant. On peut aussi réduire la proportion de l'éther dans le mélange éthéroalcoolique. Lacroix constate qu'en utilisant un nitrocoton à 35/45 % d'humidité, il peut filer correctement dans un mélange à 50% d'éther. Schaumann utilise un mélange ternaire méthanol-éthanol-éther à 20% d'éther. Enfin, certains revendiquent la suppression totale de l'éther, tout en restant en milieu alcoolique. Sauverzac emploie une solution alcoolique de chlorure d'aluminium ; Bronner découvre que les solutions alcooliques de chlorure de calcium dissolvent la tétranitrocellulose. Il s'affranchit ainsi de l'éther sulfurique dont, dit-il, "*l'emploi classique est un luxe*". Alors que l'on ignore le prolongement industriel des procédés précités, celui de Bronner a donné lieu à exploitation, durant deux années, à Mulhouse.

Toutes les améliorations suggérées concernent toujours le système alcoolique ou

éthéroalcoolique. Ces deux solvants présentant l'un et l'autre des inconvénients, de nombreux chercheurs ont essayé de s'en affranchir totalement. C'est d'ailleurs sur ce terrain du solvant que se sont manifestés les premiers rivaux du procédé Chardonnet. Dans la foulée de ce dernier et de son brevet de base de 1884, deux inventeurs ont déposé des brevets utilisant l'acide acétique. Gérard (BF 178.366, BF 178.367, 6 septembre 1886) met en œuvre un mélange de coton triazotique (10 parties) et de gélatine (5 parties) et de petites quantités de glycérine et d'huile de lin, en solution dans l'acide acétique. Le fil est traité pour réduire l'inflammabilité, mais la solution préférée est la dénitrification complète par trempage dans une solution de protochlorure ou d'acétate de fer. Jules Du Vivier dépose deux brevets : "*Composition nouvelle permettant de fabriquer des fils artificiels ayant l'aspect et les propriétés des fils de la soie*" (BF 195.655 du 15 mars 1889 et addition du 16 octobre 1890) et "*Procédé pour la fabrication des fils textiles au moyen de matières pâteuses et fluides*" (BF 195.656). La composition de filage contient un mélange des trois solutions suivantes : cellulose trinitrée dans l'acide acétique cristallisable, ichthocolle (colle de poisson) également dans l'acide acétique, gutta-percha dans le sulfure de carbone de façon à répondre à la composition suivante :

Pyroxyle ou coton triazotique	4 grammes
Ichtyocolle	1 "
Gutta-percha	0,5 "
Glycérine	0,01 "
Huile de ricin	1 goutte

Ce collodion est extrudé dans une filière et le fil traverse plusieurs bains successifs de solution de soude, d'albumine pour "l'animalisation" (c'est-à-dire pour rendre la fibre apte à la teinture), de bichlorure de mercure pour diminuer la combustibilité, d'ammoniaque, de sulfate d'alumine et enfin, à nouveau d'albumine comme lubrifiant.

Du Vivier fonde avec Gérard une société, La Soie Française, transformée en juin 1888 en Société Du Vivier et Cie, et présente son invention à l'Exposition Universelle de 1889, où il obtient une médaille d'or. Mais il décède quelque temps plus tard. Sa veuve tentera sans succès de négocier la vente du procédé, en particulier auprès de la Société Générale pour la Fabrication des Matières Plastiques. Malgré un essai de filage réussi en 1898 à l'usine de La Rivière-Saint-Sauveur, la Société Générale refuse de s'engager dans cette nouvelle industrie. Bardy, qui connaissait bien la question, écrira deux ans plus tard que "*le procédé n'a pas fait l'objet d'une exploitation importante*". Signifie-t-il par là que, en dehors de cet essai, il y a eu cependant véritablement fabrication ? Ces deux procédés sont abandonnés. L'idée est cependant revendiquée à nouveau par Turgard en 1904.

Mais ce sont surtout d'autres solvants organiques, et en premier lieu l'acétone, qui retiennent l'attention de nombreux chercheurs au début du siècle. L'acétone est un très bon solvant de la nitrocellulose. Elle permet de préparer des solutions concentrées, condition indispensable pour obtenir les titres très fins utilisés dans la confection des tissus ; sa récupération est aisée grâce à son point d'ébullition relativement élevé. L'argument du prix (l'acétone est un produit plus cher que l'éther éthylique) semble secondaire. A ce procédé à l'acétone sont associés les noms de Cazeneuve, professeur de chimie à Lyon et président du conseil d'administration de la Société La Soie Valette, de Bouillot et Boulier de la Société Boulier et Lafais (Seine), de Vittenet (Rhône) et de Germain. (Pour ces deux derniers, on ignore leur éventuelle base industrielle). Ces procédés, comme ceux de Duquesnoy (mélange acétone, acide acétique) et d'Huwart (solvants du type acétals) n'ont probablement pas atteint un niveau de développement industriel significatif si même développement industriel il y a eu. La nature du solvant exerce, en effet, une action considérable sur les propriétés et l'aspect du fil. Avec l'acétone, le fil est mat, ses propriétés dynamométriques faibles. Pour obtenir des propriétés correctes, il faut filer à 40°C environ, contrainte dont les chercheurs tentent de s'affranchir par divers artifices : mélanges avec des solvants plus légers, post-traitement thermique.

La seconde question majeure est celle de l'ignifugation. Chardonnet a recours, en définitive, à la dénitrification totale. Cette opération, déjà décrite par Blondeau, est une opération coûteuse et importante, car les propriétés du produit final sont liées aux modalités de l'opération et aux réactifs mis en œuvre

(Diamanti, Bergier, Cazeneuve,). Son coût a justifié des recherches pour tenter de l'éviter, soit en limitant le taux de nitration (Soie Serret, Bronnert, cité plus haut), soit en traitant le fil nitré par des sels minéraux (Germain), sels d'ammonium et bicarbonates ; la Setaoïd, sels d'ammonium et d'aluminium ; Soie Serret, sels d'aluminium ; Soie Valette, nitrite d'ammonium), soit en mélangeant les fibres nitrées avec des fibres naturelles (Delpech). Mis à part les réalisations de Bronnert à Mulhouse et de Delpech à La Soie d'Amiens qui semblent constituer des exceptions, la dénitrification totale est la règle générale. On a déjà noté combien elle induit une perte de propriétés des fils notamment en présence d'humidité. Les chercheurs se sont attelés à la résolution de ce problème et ont breveté différentes solutions : ajout de sels métalliques (Friedrich, Soie Serret), traitement par l'aldéhyde formique (Eschalié, opération dite de sténosage), imperméabilisation et protection par enrobage des fils avec une couche de nitrocellulose (Germain). Il faut préciser que le problème est constant pour toutes les fibres artificielles à base de cellulose régénérée dont la soie de Chardonnet, après dénitrification, fait partie.

Les travaux des concurrents du comte de Chardonnet ont porté principalement sur ces deux points capitaux : solvant et ignifugation. Les tentatives d'incorporation d'additifs divers (huiles diverses, glycérine, copal) préconisés par Crespin, Cadoret, Bonneau, Lehner se sont révélées vaines, les avantages étant toujours accompagnés d'une dégradation de certaines propriétés comme l'éclat, la souplesse, l'homogénéité. En ce qui concerne le filage, la filière de Chardonnet n'est pas remise en cause. On notera seulement les propositions de Lehner (bain de coagulation à l'essence de térébenthine), de Lumière et Planchon (filière tournante).

En marge de ces tentatives d'amélioration des propriétés du fil, signalons les brevets intéressants et originaux de la société Pervilhac et de Duinat qui, eux, concernent les surfaces textiles. La société Pervilhac et Cie à Lyon est spécialisée dans le traitement des tissus (polissage, gaufrage, apprêtement d'étoffe, tulles et rideaux). Dans le courant des années 1906-1907, Ratignier, son directeur, dépose de nombreux brevets qui témoignent d'une ouverture aux nouvelles technologies de l'époque. Quoique la raison sociale ne l'explique pas, il s'agit probablement d'une petite société de construction mécanique se consacrant aux équipements pour le traitement des tulles et tissus analogues. Mais Ratignier ne se cantonne pas dans ce métier. S'il ne s'intéresse pas directement à la fabrication de fil artificiel, par contre, il cherche à élaborer des surfaces artificielles d'abord pour imiter les produits textiles dont c'est sa spécialité, ensuite par un glissement technique logique, vers les pellicules pour photographie. Car les établissements Pervilhac sont lyonnais et, à ce titre, marqués par le développement de l'industrie photographique et cinématographique dont Lyon est à cette époque la capitale, avec les frères Lumière. Il est vrai que leur curiosité les poussait aussi à s'intéresser, d'après les brevets qu'ils ont déposés, à deux autres domaines en pleine gestation : l'automobile et l'aviation. Pour fabriquer ces tulles artificiels, Ratignier utilise un dispositif constitué par deux rampes parallèles en aval d'un réservoir de collodion, munies chacune de filières rapprochées, tournées vers le bas et raccordées par des flexibles, chaque rampe pouvant être animée d'un mouvement de va-et-vient axial. Les fils de collodion sortant des filières se déposent sur un tablier sans fin. Ils s'y croisent éventuellement et se soudent, formant des combinaisons analogues à des mailles. Après élimination du solvant, le tissu artificiel est décollé du tablier sans fin (BF 384.751).

Ratignier atteint le même objectif (tissu artificiel à maille ou réseau) par la technique de fabrication des pellicules par coulée. Le collodion est déposé sur un cylindre où il remplit les sillons d'un réseau dessiné et gravé en creux. Après séchage, la composition est séparée du cylindre (BF 384.934). Ces réseaux peuvent aussi être utilisés comme motifs décoratifs qu'il est facile de déposer sur un quelconque tissu par un système de rouleaux et contre-rouleaux presseurs (BF 398.412). L'idée de tissu artificiel se retrouve également chez Duinard (BF 368.393) qui fait appel à une filière élaborée. C'est une filière plate munie d'un obturateur mobile et ajouré de façon à délivrer le profil d'extrudat désiré pour fournir des similis tissus de tulles, tresses, dentelles, "tous articles à jour, intervalles ou relief".

Le procédé Pervilhac donne lieu à un développement industriel ; une technique voisine sera exploitée également par la Compagnie Française des Applications de la Cellulose, mais avec des

solutions de cellulose, dans son usine de Fresnoy-la-Grande. Ainsi, était réalisée l'idée utopique de Réaumur "de faire avec nos vernis des étoffes qui ne fussent point composées de fils entrelacés les uns avec les autres".

L'émergence de nouvelles fibres artificielles concurrentes

En 1889, Chardonnet écrivait : "*La continuité du fil, sa transparence, les jeux de lumière intérieurs, l'éclat soyeux, ne peuvent s'obtenir qu'en filant une solution liquide. La cellulose pourrait servir, mais elle n'a pas de véritable dissolvant : il faut la nitrater, la filer en collodion, et la débarrasser ensuite d'une partie de son acide nitrique.*" Il résulte de ce propos que, si d'autres moyens existent pour solubiliser la cellulose, ils peuvent être mis en œuvre pour faire des fils. Or, certains systèmes solvants permettent de dissoudre la cellulose et de la régénérer ensuite. Seuls deux d'entre eux, les autres étant exclus pour des raisons diverses, présentent un intérêt. Le premier a été découvert par Schweitzer qui, en 1857, met en évidence le pouvoir solubilisant des solutions aqueuses ammoniacales d'oxyde de cuivre. Despeissis, en France, dépose un brevet (BF 203.741 du 2 décembre 1890) sur le filage de ces solutions cuproammoniacales en vue de fabriquer des fils textiles. Malheureusement, il décède et son brevet, faute de paiement des annuités, tombe dans le domaine public. L'idée est reprise discrètement par deux Allemands, Max Fremery et Jean Urban, qui, avec l'aide de Bronnert de Mulhouse, lui donnent une suite industrielle en 1899. Le second résulte des travaux de deux Anglais, Charles F. Cross et E.J. Bevan, qui, travaillant dans une fabrique de papier, constatent que la cellulose, en présence de sulfure de carbone, forme avec la soude un gel visqueux. Par traitement acide, ce gel régénère la cellulose. La découverte est brevetée en Angleterre (1892). On étudie les applications possibles de ce produit appelé viscose. La fabrication de filaments de carbone, préoccupation de l'heure, en est une : la filature textile en découlera plus tard, en 1897, l'exemple de Chardonnet aidant. Le brevet est cédé à la Société Française de la Viscose. En 1904, la première usine de filage de la viscose en France démarre à Arques-la-Bataille.

La soie Chardonnet doit donc faire face une concurrence sérieuse dont elle a fait le lit. Elle résiste mal en particulier face à la viscose. Les chiffres parlent d'eux-mêmes quand on compare les prix de revient vers 1908 :

Soie Chardonnet	15 F/kg
Soie cuproammoniacale	12 F/kg
Soie viscose	7,5 F/kg

(A titre indicatif les cours moyens des soies naturelles pour la période 1900-1910 sont de 50 F/kg pour les soies européennes, 40 F/kg pour la soie grège de Canton, 35 F/KG pour celle de Shanghai, 12 F/kg pour la soie sauvage Tussah). En 1908, la production mondiale des soies viscose et cuivre fait déjà jeu égal avec celle de la soie au collodion :

Soie au collodion	4.125.000 livres
Soie cuproammoniacale	3.080.000 "
Soie viscose	1.089.000 "

Apercevant le danger, la Société de Besançon prend langue dès 1904 avec la maison Gillet qui vient de participer à la fondation de La Soie Artificielle d'Izieux, afin de trouver une entente. Sans succès. En 1907, on parle d'un accord – qui ne se fait pas – avec la société belge Tubize et la Vereingte Kunstseide Fabriken AG allemande. La situation se dégrade : la Société ne distribue pas de dividende en 1910 ; la soie au collodion est trop chère et il y a nécessité impérieuse "*à s'adjoindre d'autres procédés... moins coûteux*". À défaut d'accord, elle étudie, seule, le procédé viscose et dépose un brevet (BF 430.445). La raison sociale est modifiée : elle devient "S.A. pour la fabrication de la soie de Chardonnet, de tous textiles artificiels et dérivés de la cellulose". A partir de 1912, l'usine de Prés-de-Vaux produit de la fibre viscose pour son compte, par ses propres moyens. Mais, face aux autres sociétés de soie artificielle maintenant regroupées au sein du Comptoir des Textiles Artificiels, elle se trouve en situation de faiblesse technique, économique, voire juridique, car dépourvue des brevets d'origine. La direction choisit d'abandonner son procédé au collodion au profit exclusif de la viscose.

Des pourparlers sont engagés avec le C.T.A ; ils aboutissent. La société est dissoute ; une nouvelle est créée et rattachée au Comptoir des Textiles Artificiels sous le nom de Société des Soies Artificielles de Besançon. Pratiquement, la production de viscose ne démarrera qu'après la guerre.

Petit à petit, tous les ateliers exploitant le procédé Chardonnet ferment, laissant généralement la place à la viscose. En France, l'usine de Rennes ne résiste que quelques années. Par contre, fonctionnent encore les ateliers des usines belges de Tubize (jusqu'en 1929) et d'Obourg, ainsi que les filiales de Hongrie, de Pologne, des Etats-Unis. Mais la reconversion est inéluctable. Car les jeux sont faits dès 1914. Quand, après la guerre, vers 1920, les grandes sociétés – américaine, Du Pont de Nemours, allemande, la Vereinigte Köln-Rottweil Pulverfabriken (groupe Nobel) – disposant de stocks de nitrocellulose et de capacités importantes de nitration maintenant inemployées et cherchant à pénétrer dans le secteur prometteur des soies artificielles, s'interrogent sur l'intérêt d'une reconversion dans le filage du collodion, c'est en définitive, après enquête, vers la viscose qu'elles se tournent.

L'apport de Chardonnet

Le comte de Chardonnet n'a pas inventé l'idée de filage : Hooke et Réaumur l'ont fait avant lui. Il n'est pas le premier à avoir tiré un fil d'une solution de nitrocellulose : Audemars a décrit l'expérience en 1855 ; Weston et Swan, en Angleterre, l'ont étudié dans le cadre de leurs recherches sur la fabrication de filaments pour lampes électriques. Il n'est pas le premier non plus à obtenir un fil textile préparé à partir de nitrocellulose : Swan en a présenté des échantillons dès 1884 à Londres. Mais Chardonnet a "inventé" de bout en bout l'industrie complexe des textiles artificiels et, par son audace et son génie inventif, il a apporté la preuve d'une faisabilité à grande échelle et déclenché un phénomène industriel international de grande ampleur. Le collodion de nitrocellulose en a été un des moyens, un moyen imparfait, contournable et contourné, mais primordial.

Document 1 : Brevet d'invention Chardonnet

Ministère
du Commerce

Durée: *Quatre* ans
N° 468.349

LVI DU 5 JUILLET 1884.

EXTRAIT.

Art. 31.

Sous réserve de tout ses droits.

Le brevet qui n'a pas été exploité en France dans le délai de deux ans à compter de la date de sa signature, ou qui n'a pas été exploité pendant deux années consécutives, à moins que, dans l'un ou l'autre cas, il ne justifie de causes de son inactivité.

Le brevet qui n'a pas été exploité en France dans le délai de deux ans à compter de la date de sa signature, ou qui n'a pas été exploité pendant deux années consécutives, à moins que, dans l'un ou l'autre cas, il ne justifie de causes de son inactivité.

Le brevet qui n'a pas été exploité en France dans le délai de deux ans à compter de la date de sa signature, ou qui n'a pas été exploité pendant deux années consécutives, à moins que, dans l'un ou l'autre cas, il ne justifie de causes de son inactivité.

Art. 32.

Le brevet qui n'a pas été exploité en France dans le délai de deux ans à compter de la date de sa signature, ou qui n'a pas été exploité pendant deux années consécutives, à moins que, dans l'un ou l'autre cas, il ne justifie de causes de son inactivité.

Brevet d'Invention

sans garantie du Gouvernement.

Le Ministre du Commerce,

Vu la loi du 5 juillet 1844;

Vu le procès-verbal dressé le 17 novembre 1884, à 3 heures
minutes, au Secrétariat général de la Préfecture du département
de Doubs, et constatant le dépôt fait par le Sieur

Chardonnet

d'une demande de brevet d'invention de *Quatre* années, pour
la fabrication d'un *fil de soie artificielle* par le
procédé de *la soie artificielle*.

Arrête ce qui suit :

Article premier.

Il est décerné au Sieur *Chardonnet* (*Maison*)
d'une durée de *quatre* années, à compter de la date de sa signature, à l'effet de fabriquer
sans aucun privilège, à ses risques et périls, et sans garantie, soit de
la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de la fidélité
ou de l'exactitude de la description, un brevet d'invention de *Quatre*
années, qui ont commencé à courir le 17 novembre 1884,
pour la fabrication d'un *fil de soie artificielle* par le
procédé de *la soie artificielle*.

Article deuxième.

Le présent arrêté, qui constitue le brevet d'invention, est décerné
à *Chardonnet* par le Ministre du Commerce, en vertu de la loi du 5 juillet 1844,
pour l'usage de son service.

Il est accordé au demandeur un droit de priorité sur les brevets de la description
dépouillés à l'appui de la

durée de *quatre* années, à compter de la date de sa signature, à l'effet de fabriquer
sans aucun privilège, à ses risques et périls, et sans garantie, soit de
la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de la fidélité
ou de l'exactitude de la description, un brevet d'invention de *Quatre*
années, qui ont commencé à courir le 17 novembre 1884,
pour la fabrication d'un *fil de soie artificielle* par le
procédé de *la soie artificielle*.

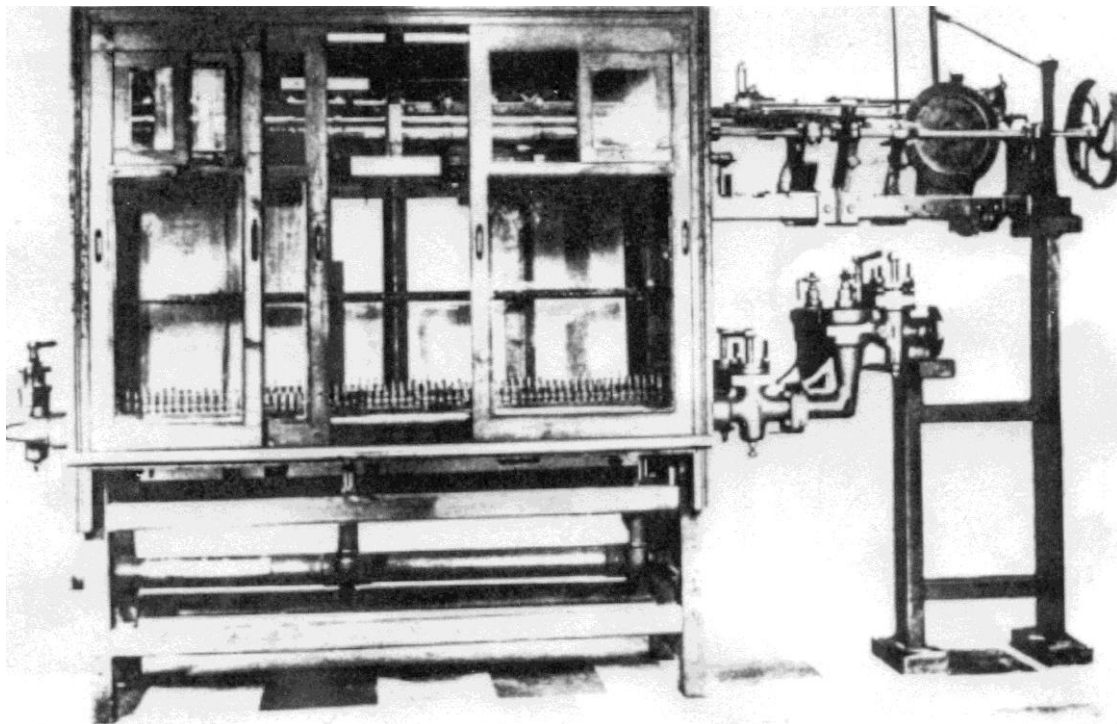
En fait le Ministre et par délégué

Le Secrétaire du Bureau de la Propriété industrielle.

M. G. — Min. G. — 4 L.

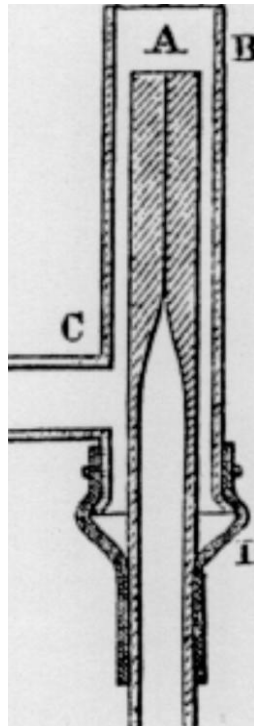
Il est accordé au demandeur un droit de priorité sur les brevets de la description
dépouillés à l'appui de la durée de quatre années, à compter de la date de sa signature, à l'effet de fabriquer sans aucun privilège, à ses risques et périls, et sans garantie, soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de la fidélité ou de l'exactitude de la description, un brevet d'invention de quatre années, qui ont commencé à courir le 17 novembre 1884, pour la fabrication d'un fil de soie artificielle par le procédé de la soie artificielle.

Document 2 : Première cage à filature



Document 3 : "Becs" du procédé de filature de Chardonnet

- A tube de verre terminé par une portion capillaire
- B tube de verre parcouru par un courant d'eau
- C tubulure d'arrivée d'eau
- D garniture de caoutchouc



Document 4 : Chardonnet et Usine des Prés de Vaux