

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Numéro de publication:

0 119 920
B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45)

Date de publication du fascicule du brevet:
16.09.87

(51)

Int. Cl.4: **D 06 L 1/14, D 06 L 3/02**

(21)

Numéro de dépôt: **84400513.2**

(22)

Date de dépôt: **14.03.84**

(54)

Procédé amélioré de désencollage - blanchiment simultané des tissus.

(30)

Priorité: **22.03.83 FR 8304646**

(43)

Date de publication de la demande:
26.09.84 Bulletin 84/39

(45)

Mention de la délivrance du brevet:
16.09.87 Bulletin 87/38

(84)

Etats contractants désignés:
BE CH DE FR GB IT LI

(56)

Documents cités:
EP - A - 0 055 664
GB - A - 2 002 831

(73)

Titulaire: **ATOCHEM, 4 & 8, Cours Michelet La
Défense 10, F-92800 Puteaux (FR)**

(72)

Inventeur: **Tatin, Gérard Jean-Louis, 8, avenue Auguste
Wcky, F-68100 Mulhouse (FR)**

EP 0 119 920 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présente invention concerne un procédé amélioré de désencollage et de blanchiment des tissus en une seule opération dans un bain à base de peroxyde d'hydrogène.

La demanderesse a mis au point un tel procédé faisant l'objet de la demande de brevet EP-A 0 055 664.

Le procédé de la demande de brevet EP-A 0 055 664 utilise un bain comprenant du peroxyde d'hydrogène, de l'hydroxyde de sodium, un agent séquestrant, une amylase, un agent tensio-actif et éventuellement un agent stabilisant tel le silicate de sodium.

La mise en œuvre industrielle de ce procédé se heurte à certaines difficultés:

- d'une part les résultats obtenus dépendent du pH fixé au départ. En effet à un pH très alcalin le blanchiment est excellent mais le désencollage est en général insuffisant, inversement à un pH peu alcalin le désencollage est bon mais le blanchiment est insuffisant.

- d'autre part le niveau des résultats est étroitement lié à la nature du tissu soumis au traitement de désencollage - blanchiment, la dégradation enzymatique des amidons générant des produits acides qui font évoluer le pH au cours de la réaction.

Selon la quantité et la nature des amidons utilisés pour l'encollage du tissu le pH du bain de désencollage - blanchiment est plus ou moins modifié au cours du traitement, ce qui conduit à des écarts importants au niveau des résultats de blanchiment et de désencollage.

Ces observations ont conduit la demanderesse à rechercher un tampon susceptible de fixer le pH du bain de désencollage - blanchiment afin de disposer d'un procédé de désencollage - blanchiment simultané permettant d'obtenir à la fois un désencollage et un blanchiment optimum tout en respectant le degré de polymérisation de la fibre.

La présente invention répond à un tel objet et fournit un procédé amélioré de désencollage - blanchiment simultané des tissus dans un bain comprenant du peroxyde d'hydrogène, un agent séquestrant, une amylase et un agent tensio-actif caractérisé par le fait que l'on ajoute audit bain un tampon constitué par du tétraborate de sodium décahydraté en quantité telle que le pH du bain soit égal à 9,8.

Au cours de ses recherches, la demanderesse a testé de nombreux tampons et a constaté avec surprise que pour aucun tampon à l'exception du tétraborate de sodium décahydraté, on obtenait à la fois un bon désencollage et un bon blanchiment.

Un bain de désencollage - blanchiment utilisable selon l'invention peut par exemple comporter:

H ₂ O ₂ 35%	40-60 ml/l
silicate de sodium (agent stabilisant)	environ 20 g/l

agent séquestrant	2-6 g/l
Amylase	8-12 g/l
agent tensio-actif	1-2 ml/l

5 et un tampon constitué par du tétraborate de sodium décahydraté en quantité déterminée pour fixer le pH du bain à 9,8 (soit environ 10 g de tétraborate de sodium décahydraté pour 1 l de bain).

10 L'adoption du procédé de désencollage - blanchiment simultané de la présente invention permet des économies importantes en eau, vapeur, main d'œuvre et investissements et conduit à des résultats de désencollage - blanchiment supérieurs à ceux que l'on obtient sans tampon ou en utilisant un autre tampon permettant de fixer le

15 pH du bain à une valeur équivalente.
En outre l'utilisation du tétraborate de sodium décahydraté comme tampon évite de travailler en milieu fortement alcalin et protège ainsi le tissu traité contre la formation de «cassures» au cours d'un dépôt en plis.

L'invention sera à présent décrite plus en détails dans les exemples non limitatifs suivants.

Exemples

25 Les essais de désencollage - blanchiment décrits ont été réalisés selon la technique suivante:

30 1. Imprégnation du tissu écri dans le bain de désencollage - blanchiment; exprimage pour ne laisser dans le tissu que la quantité de bain nécessaire à la réaction. Cette quantité a été fixée à 100% du poids de tissu sec.

35 2. Vaporisation pour porter le tissu à la température de réaction souhaitée 90-95°C.

3. Dépôt par enroulage ou en plis pendant une heure à température.

40 Le traitement est suivi d'un lavage à 90-95°C, d'un lavage à 60°C et d'un lavage à froid.

Le bain de base de désencollage - blanchiment utilisé dans les exemples ci-après est le suivant:

EDTA (de la marque TRILON C de B.A.S.F.)	2 g/l
Silicate de sodium	20 g/l
Peroxyde d'hydrogène 35%	40 ml/l
Amylase haute température (Enzylase C® de DIAMALT)	10 g/l
Agent mouillant non ionique (UKANIL 1036 N® de PCUK)	1,5 ml/l

Exemples 1 à 5

45 Les exemples 1 à 5 ci-dessous ont été effectués avec une toile de coton 100% de 160 g/m²:

taux d'amylacés	9,20%
réflectance ELREPHO (La mesure du degré de blanc est effectuée à l'aide du reflectomètre ELREPHO de la Société KARL ZEISS de la République Démocratique d'Allemagne)	56°
indice de polymérisation	1 940

50 Les tampons suivants ont été testés (les quantités indiquées sont exprimées en g pour 1 l de bain):

Ex. 1 Formiate de sodium	15 g/l
pH obtenu: 10,4	
Ex. 2 Bicarbonate de sodium	22 g/l
Carbonate de potassium	8,4 g/l
pH obtenu: 9,5	
Ex. 3 Métaborate de sodium	14 g/l
pH obtenu: 9,8	
Ex. 4 Glycine	20 g/l
pH obtenu: 10,4	
Ex. 5 Tétraborate de sodium décahydraté	10 g/l
pH obtenu: 9,8	

Les exemples 1 à 4 sont des exemples comparatifs.

L'exemple 5 illustre un procédé selon la présente invention.

Les résultats sont indiqués dans le Tableau I ci-après.

Tableau I

Exemple	Blanc en ° ELREPHO	Amidon résiduel en %/poids de tissu	Hydrophilie s
1	81,5	0,60	0,4
2	78,2	1,95	0,2
3	83,5	0,61	1
4	78,9	0,34	0,4
5	82,5	0,22	0,1
DP* = 1620			

*Degré de polymérisation.

Seul l'emploi du métaborate de sodium (Ex. 3) donne un degré de blanc supérieur à celui obtenu avec le tétraborate de sodium décahydraté (Ex. 5 selon l'invention), mais le taux d'amidon résiduel obtenu dans l'Exemple 3 est trop élevé (le taux d'amidon résiduel de l'Exemple 3 est de 0,61 alors qu'il n'est que de 0,22 dans l'Exemple 5 selon l'invention).

En outre l'hydrophilie de l'Exemple 5 est 10 fois plus faible que celle de l'Exemple 3. On notera également que le degré de polymérisation (DP = 1 620) obtenu dans l'Exemple 5 selon l'invention montre que la fibre n'est pas dégradée au cours de l'opération de désencollage - blanchiment.

Exemples 6 à 10

Les exemples 6 à 10 ci-dessous ont été effectués avec une cretonne de coton 100% de 190 g/m²:

Taux d'amylacés	11,57%
Réflectance ELREPHO ZEISS	55°
Indice de polymérisation >	2 700

Les tampons testés sont les suivants:

- Ex. 6 tampon identique à celui de l'Ex. 1
- Ex. 7 tampon identique à celui de l'Ex. 2
- Ex. 8 tampon identique à celui de l'Ex. 3
- Ex. 9 tampon identique à celui de l'Ex. 4
- Ex. 10 tampon identique à celui de l'Ex. 5

Les Exemples 6 à 9 sont des exemples comparatifs.

L'Exemple 10 illustre un procédé selon la présente invention.

Les résultats sont donnés dans le Tableau II ci-après.

Tableau II

Exemple	Blanc en ° ELREPHO	Amidon résiduel en %/poids de tissu	Hydrophilie s
6	76,2	0,85	1
7	73,3	2,92	1
8	77,9	0,79	1,6
9	75,6	0,42	1
10	76,8	0,21	1,2
DP = 1930			

Exemples 11 à 15

Les exemples 11 à 15 ci-après ont été effectués avec une popeline 100% coton de 140 g/m²:

Taux d'amylacés	7,6%
Réflectance ELREPHO ZEISS	52,2°
Indice de polymérisation >	2 700

Les tampons testés sont les suivants:

- Ex. 11 tampon identique à celui de l'Ex. 1
- Ex. 12 tampon identique à celui de l'Ex. 2
- Ex. 13 tampon identique à celui de l'Ex. 3
- Ex. 14 tampon identique à celui de l'Ex. 4
- Ex. 15 tampon identique à celui de l'Ex. 5

Les exemples 11 à 14 sont des exemples comparatifs.

L'exemple 15 illustre un procédé de désencollage - blanchiment selon la présente invention.

Les résultats sont donnés dans le Tableau III ci-après.

Tableau III

Exemple	Blanc en ° ELREPHO	Amidon résiduel en %/poids de tissu	Hydrophilie s
11	80,9	1,82	1,4
12	75,9	7,7	0,9
13	83	3,31	1
14	79,6	2,5	1,2
15	82,6	0,79	1
DP = 1830			

Les exemples ci-dessus montrent que seul l'emploi de tétraborate de sodium décahydraté selon l'invention permet d'obtenir à la fois un bon blanchiment et un désencollage satisfaisant.

Exemples 16 à 18

Le bain décrit ci-dessus auquel on a ajouté 10 g/l de tétraborate de sodium décahydraté a été utilisé pour effectuer le désencollage - blanchi-

ment simultané de trois tissus différents de polyester – coton 67/33 dont les taux d'amylacés sont respectivement de:

12,2% : Ex. 16
9,5% : Ex. 17
8,9% : Ex. 18

Les résultats sont donnés dans le Tableau IV ci-après.

Tableau IV

Exemple	Blanc en ° ELREPHO	Amidon résiduel en %/poids de tissu	Hydrophilie s
16	85,6	0	0,4
17	81,4	0	0,8
18	85,1	0	0,8

Le désencollage est total et le blanc obtenu est remarquable.

Revendication

Procédé de désencollage – blanchiment simul-

tané des tissus dans un bain comprenant du peroxyde d'hydrogène, un agent séquestrant, une amylase et un agent tensio-actif caractérisé par le fait que l'on ajoute audit bain un tampon constitué par du tétraborate de sodium décahydraté en quantité telle que le pH du bain soit égal à 9,8.

Patentanspruch

Verfahren zum gleichzeitigen Entschlichten und Bleichen von textilen Flächegebilden in einem Bad, das Wasserstoffperoxid, ein Sequestrierungsmittel, eine Amylase und einen oberflächenaktiven Stoff enthält, dadurch gekennzeichnet, dass man dem Bad einen aus Natriumtetraborat-Decahydrat bestehenden Puffer in einer solchen Menge zusetzt, dass der pH-Wert des Bades 9,8 beträgt.

Claim

Process for simultaneous desizing and bleaching of textiles in a bath comprising hydrogen peroxide, a sequestering agent, an amylase and a surface-active agent, characterized in that a buffer consisting of sodium tetraborate decahydrate is added to the said bath, in such quantity that the pH of the bath is 9.8.

30

35

40

45

50

55

60

65

4