Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

Numéro de publication:

0 325 529 A1

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(s) int. Cl.4: D 06 B 23/28

③ Priorité: 21.01.88 FR 8801010

Date de publication de la demande: 26.07.89 Bulletin 89/30

Etats contractants désignés:
BE CH DE ES GB IT LI SE

(7) Demandeur: INSTITUT TEXTILE DE FRANCE 280, avenue Aristide Briand B.P. 141 F-92223 Bagneux Cédex (FR)

(2) Inventeur: Rouvillain, Jean-Pierre 48, boulevard d'Armentières F-59100 Roubaix (FR)

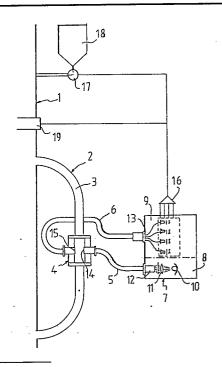
Mandataire: Descourtieux, Philippe et al CABINET BEAU de LOMENIE 55 rue d'Amsterdam F-75008 Paris (FR)

Procédé et dispositif de régulation de teinture.

(a) La régulation du bain de teinture est obtenue, en suivant l'épuisement du bain en colorants par photocolorimétrie, en faisant varier, en deux étapes successives d'abord un premier paramètre puis un second paramètre différent du premier, de manière à ce que l'épuisement du bain en colorants en fonction du temps suive sensiblement une courbe prédéterminée.

Pour la teinture des matériaux cellulosiques par des colorants réactifs, on augmentera dans la première étape la teneur en électrolytes puis dans la seconde étape la teneur en agent alcalin.

Pour la teinture de la laine et du polyamide en colorants solubles à partir d'un bain usé de recyclage à 70°C environ on portera le pH de la neutralité à environ 5 puis on portera la température jusqu'à 100°C si nécessaire.



EP 0 325 529 A1

PROCEDE ET DISPOSITIF DE REGULATION DE TEINTURE

10

15

25

45

55

60

La présente invention concerne la régulation d'une opération discontinue de teinture d'un matériau en particulier d'une matière textile, au cours de laquelle le ou les colorants présents dans le bain de teinture migrent sur le matériau et s'y fixent de façon durable. Elle concerne la régulation selon laquelle on suit le transfert des colorants, c'est-à-dire l'épuisement du bain en colorants, par photocolorimétrie à des intervalles de temps déterminés et on agit pour faire en sorte que l'épuisement en question suive une courbe fixée à l'avance.

1

Une régulation de ce type est connue et pratiquée, dans laquelle on agit sur la température du bain. Le but recherché est d'obtenir un transfert régulier du ou des colorants contenus dans le bain, indispensable à une teinture homogène de bonne qualité. Ainsi on détermine par avance une vitesse d'épuisement du bain pendant toute la durée de l'opération de teinture,ou éventuellement des vitesses différentes d'épuisement du bain pendant certaines portions de l'opération de teinture. Et on fait varier la température du bain, en fonction des valeurs obtenues, périodiquement, quant à l'épuisement réel du bain en colorants, afin que la courbe réelle de l'épuisement soit la plus proche possible de la courbe pré-établie.

Ce procédé connu de régulation est mis en oeuvre dans un dispositif vendu sous la marque TEINTOPROG. Ce dispositif comporte trois éléments à savoir la chambre de mesure dans laquelle le bain circule en continu, le bloc optique constitué d'une source de lumière blanche associé à un ensemble de quatre filtres , photodiodes et convertisseurs et un système de traitement qui analyse les signaux provenant du bloc optique, les traite et commande la régulation en agissant sur l'automatisme du chauffage.

Toutefois le procédé connu n'est opérationnel que pour un nombre limité de types de teinture, utilisant des colorants solubles, c'est-à-dire des colorants cationiques ou anioniques pour laine, polyamide ou acrylique. Son utilisation n'est en particulier pas envisageable dans le cas des colorants réactifs.

Or on a trouvé et c'est ce qui fait l'objet de l'invention un procédé de régulation d'une opération discontinue de teinture, du type de celle connue précitée, qui apporte une diversification importante aux applications possibles. Le procédé est du type connu selon lequel on suit l'épuisement du bain en colorants par photocolorimétrie à des intervalles de temps déterminés. De manière originale, on fait varier en deux étapes successives, d'abord un premier puis un second paramètre différent du premier, de manière à ce que l'épuisement du bain en colorants en fonction du temps suive sensiblement une courbe prédéterminée.

Ainsi on n'agit plus uniquement et pendant toute la durée de la teinture sur la seule température du bain, mais on agit dans une première étape sur un premier paramètre et dans une seconde étape sur un second paramètre, différent du premier, l'un ou l'autre de ces paramètres pouvant être la température du bain. On a , en effet, remarqué qu'il était possible dans un nombre important d'applications, autres que la teinture en colorants solubles pour laine , acryliques ou polyamides, de réguler l'épuisement du bain tout au long de l'opération de teinture en faisant varier successivement deux paramètres différents, lesdits paramètres étant sélectionnés en fonction de l'application retenue.

Dans une première version de l'invention, on régule un bain de teinture de matériaux cellulosiques contenant au moins un colorant réactif, en augmentant dans une première étape la teneur du bain en électrolytes et en augmentant dans une seconde étape la teneur du bain en agents alcalins.

S'agissant de coton, l'électrolyte ajouté dans le bain au cours de la première étape consiste par exemple en sulfate de soude, l'agent alcalin ajouté dans le bain au cours de la seconde étape consiste par exemple en lessive de soude et le passage de la première étape à la seconde intervient par exemple lorsqu'un apport supplémentaire d'électrolyte ne fait plus varier l'épuisement.

Dans une seconde version de l'invention, on régule un bain de teinture de matériaux tels que laine, polyamide, contenant au moins un colorant soluble, ledit bain provenant d'une opération de teinture terminée d'un même lot et ayant une température d'environ 70°C et un pH proche de la neutralité. Dans cette seconde version on fait varier dans une première étape le pH jusqu'au pH connu convenant à la matière et à la classe des colorants utilisés, par exemple 5, par addition progressive d'un agent acide, puis on fait varier dans une seconde étape la température du bain jusqu'à 100°C environ.

Ainsi, grâce au procédé de l'invention lorsqu'on fractionne un même lot, il est possible de recycler les bains usés et chauds de teinture, tout en étant assuré d'avoir pour toutes les passes successives une teinture homogène de qualité. Cette possibilité de recyclage représente une importante économie d'énergie, car jusqu'à présent les bains utilisés étaient rejetés ou au mieux envoyés dans des échangeurs de chaleur, pour récupérer une partie de l'énergie disponible. Cette dernière solution n'était d'ailleurs pas toujours adaptée, car cette récupération comporte des risques d'encrassement de l'échangeur de chaleur et donc de diminution de ses performances. Par contre, grâce à l'invention, on peut maintenant envisager de recycler les bains de teinture, après usage, jusqu'à cinq fois successivement ou plus.

C'est un autre objet de l'invention que de proposer un dispositif spécialement conçu pour la mise en oeuvre du procédé précité. Le dispositif comporte :

a. un capteur photocolorimétrique comprenant une chambre de mesure dans laquelle le bain de teinture circule, un bloc optique constitué au moins d'une source de lumière

10

20

25

40

50

blanche placée d'un côté de la chambre et des moyens de traitement capables de mesurer à des intervalles de temps déterminés , à partir du flux lumineux transmis par le bain, la concentration du bain dans chacun des colorants,

b. des moyens de comparaison, pour chaque colorant, de la vitesse d'épuisement constatée entre deux mesures successives par rapport à une vitesse présélectionnée,

c. des premiers moyens d'action, agissant pendant la première phase du cycle de teinture, et commandés par les moyens de comparaison de telle sorte que la vitesse d'épuisement constatée soit proche de la ou des vitesse (s) d'épuisement présélectionnée pour cette première phase,

d. et des seconds moyens d'action, agissant pendant la seconde phase de cycle de teinture, et commandés par les moyens de comparaison de telle sorte que la vitesse d'épuisement constatée soit proche de la ou des vitesse(s) d'épuisement présélectionnée(s), pour cette second phase.

Les premiers et/ou seconds moyens d'action peuvent consister en des récipients munis de vanne d'alimentation dont l'ouverture et la fermeture sont commandées par les moyens de comparaison , lesdits récipients contenant des agents auxiliaires de teinture donnés. Par exemple le récipient correspondant aux premiers moyens d'action contient un électrolyte et le récipient correspondant aux seconds moyens d'action contient une solution alcaline. Par exemple le récipient correspondant aux premiers moyens d'action contient une solution acide.

Les premiers ou seconds moyens d'action peuvent consister dans les moyens de chauffage du bain de teinture munis d'un interrupteur actionné par les moyens de comparaison.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va maintenant être faite de deux exemples de réalisation, illustrés par le dessin annexé dans lequel la figure unique est une vue schématique en coupe d'un dispositif de régulation, basée sur deux paramètres, équipant un autoclave de teinture.

La matière à teindre, non représentée, est placée dans l'autoclave 1 de teinture, sur lequel est montée en dérivation une conduite 2. Le bain de teinture 3, circulant dans l'autoclave 1 pendant l'opération de teinture, circule également en continu à l'intérieur de la conduite 2. La conduite 2 passe dans la chambre de mesure 4, qui est raccordée par un double jeu 5 et 6 de fibres optiques à un bloc optique 7. Le bloc optique 7 comprend deux parties 8 et 9. Dans la première partie 8, une source 10 de lumière blanche et son optique associé 11 éclairent l'entrée 12 du premier jeu 5 de fibres optiques. Dans la seconde partie 9, la sortie 13 du second jeu 6 de fibres optiques est dirigée vers quatre filtres, associés à des photodiodes et à des convertisseurs, transformant les flux lumineux transmis à travers les filtres en signaux électriques. Les quatres filtres sont choisis de telle sorte que leurs spectres de transmission présentent des pics maximum qui couvrent, ensemble, la gamme des longueurs d'onde comprise entre 400 et 700 nanomètres. Dans la chambre de mesure 4, la conduite 2 comporte la sortie 14 du premier jeu 5 de fibres optiques et l'entrée 15 du second jeu 6 de fibres optiques. La sortie 14 et l'entrée 15 sont positionnées en regard l'une de l'autre dans la conduite 2.

Les convertisseurs sont connectés à un ensemble 16 de traitement des signaux électriques, dont le fonctionnement sera expliqué ultérieurement , qui commande la mise en oeuvre d'une part de l'électrovanne 17 équipant le récipient 18 et d'autre part de l'automatisme de chauffage 19 du bain de teinture 3. Le récipient 18, contenant au moins un agent de teinture débouche dans l'autoclave 1.

La mise en oeuvre du procédé de l'invention et le fonctionnement du dispositif précité vont être décrits dans un premier exemple suivant de teinture de bain en bourre, à l'aide d'un bain de recyclage.

Le bain usé, après une première opération de teinture de laine , est sensiblement exempt de colorants;il est à la température de fin du cycle soit de l'ordre de 90° C à 100° C. La quantité de bain usée est inférieure à celle nécessaire pour une nouvelle passe, compte-tenu de la quantité de bain qui a été emportée par la matière sortie de l'autoclave dans l'opération précédente. Lorsqu'on le complète avec de l'eau froide, la température du bain usé est de l'ordre de 75° C. On porte son pH à 7,4 en ajoutant éventuellement les réactifs nécessaires. Le capteur photocolorimétrique effectue une première mesure du bain usé puis une seconde après que l'on ait ajouté les colorants.

La bourre de laine à teindre est placée dans l'autoclave et l'opération de teinture peut commencer. Dans l'autoclave, le bain de teinture 3 traverse la matière à teindre et circule dans la conduite 2.

La source lumineuse 10 associée à son optique 11 envoie sur l'entrée 12 du premier jeu 5 de fibres optiques un flux lumineux qui est dirigé dans la chambre de mesure 4. Dans la chambre 4, ce flux provenant de la sortie 14 du premier jeu 5 de fibres optiques traverse le bain de teinture 3. Le flux lumineux incident subit une absorption qui est fonction de la concentration en colorant du bain 3, pour une longueur d'onde donnée de la lumière. Le flux, après avoir traversé le bain 3, est repris par le second jeu 6 de fibres optiques et est séparé en quatre voies distinctes où il passe à travers chacun des quatre filtres. Le passage sur les filtres à pour but de faire apparaître le flux lumineux spécifique de chaque colorant contenu dans le bain en fonction de sa longueur d'onde. Les photodiodes, les convertisseurs et l'ensemble 16 de traitement convertissent les intensités lumineuses en courants normalisés (de 4 à 20 mA).

Préalablement à l'opération de teinture, on a introduit dans l'ensemble de traitement une (ou plusieurs) valeur de consignes correspondant à la (ou les) vitesse d'épuisement souhaitée, par exemple 1,5 % par minute. Cette valeur est l'écart des concentrations mesurées entre deux mesures faites par le capteur rapporté à l'intervalle de temps entre lesdites deux mesures.

Pendant une première étape, l'ensemble de

traitement 16 agit sur l'électrovanne 17 commandant l'introduction dans l'autoclave 1 de la solution d' acide acétique contenue dans le récipient 18. Cette introduction est commandée de telle sorte que la vitesse d'épuisement réellement constatée soit proche de la (ou les) vitesse de consigne retenue pour cette première étape. Ainsi l'ensemble de traitement 16 commandera l'ouverture de l'électrovanne 17 à chaque mesure où sera constaté un écart négatif entre la valeur mesurée et la valeur de consigne (vitesse d'épuisement mesurée inférieure à la valeur d'épuisement retenue comme consigne dépassant un minimum donné. Inversement, en cas d'écart positif dépassant un maximum donné, l'ensemble de traitement 16 ne commandera pas l'ouverture de l'électrovanne 17.

Cette première étape , dans le cas de la teinture de laine en bourre à l'aide de colorants solubles, dure jusqu'à ce que le bain de teinture 3 ait atteint le seuil de pH prédéterminé, fonction de la matière et de la classe de colorants, par exemple 5. Ce pH prédéterminé est celui conseillé par les fournisseurs de matières colorantes et connu de tous les teinturiers.

Dans la seconde étape, l'ensemble de traitement 16 agit sur l'automatisme 19 de chauffage du bain de teinture 3, augmentant ou arrêtant le chauffage de telle sorte que la vitesse d'épuisement réellement constatée soit proche de la (ou les) vitesse (s) de consigne retenue pour cette seconde étape.

Cette seconde étape dure jusqu'à ce que la température atteigne 100°C ou lorsque le bain de teinture 3 est épuisé à 90 % par exemple.

Ensuite la température est maintenue pendant le palier de fin de teinture.

Dans un autre exemple de teinture de coton à l'aide de colorants réactifs, l'ensemble de traitement 16 est relié non à l'automatisme de chauffage 19 mais à un second ensemble électrovanne/récipient similaire à l'électrovanne 17 et au récipient 18. Dans ce cas le premier récipient 17 contient un électrolyte.par exemple sulfate de soude et le second récipient une solution alcaline par exemple lessive de soude.

Le fonctionnement du dispositif est identique à celui décrit dans le premier exemple. Le bain de teinture reste à température constante, par exemple 40°C environ si les colorants réactifs utilisés sont des réactifs "froids", 80°C si les colorants réactifs utilisés sont des réactifs "chauds". Dans la première étape. l'électrolyte est ajouté de telle sorte que la vitesse d'épuisement mesurée soit proche de la vitesse de consigne retenue pour cette première étape, qui dure jusqu'à ce qu'un apport supplémentaire d'électrolyte ne fasse plus varier l'épuisement. Ce passage de la première à la seconde étape est commandé lorsque, par exemple pendant quatre ou cinq mesures successives, le capteur colorimétrique ne constate plus d'évolution de l'épuisement du bain de teinture. On peut également fixer, pour une teinture donnée, une quantité prédéterminée d'électrolyte et passer de la première à la seconde étape lorsque cette quantité prédéterminée a été ajoutée dans le bain. Pour choisir la quantité prédéterminée on se basera sur les tables, fournies par les

fournisseurs de matières colorantes et mises à la disposition de tous les teinturiers, qui indiquent la concentration souhaitable en électrolyte du bain de teinture

Dans la seconde étape , la solution alcaline est ajoutée de telle sorte que la vitesse d'épuisement mesurée soit proche de la vitesse de consigne retenue pour cette seconde étape, qui dure jusqu'à ce que la totalité de l'agent alcalin soit utilisée, ou idéalement qu'un apport supplémentaire ne fasse plus varier l'épuisement.

Dans un cas précis, on a utilisé pour un coton ayant préalablement subi les traitements de préparation nécessaires un bain contenant 0,5 % d'un colorant réactif C.I (Colour Index) Reactive yellow 27, ce pourcentage étant calculé sur la masse de matière à teindre. Le bain , maintenu à 40°C , circule à travers la matière pendant 5 à 10 minutes pour une bonne homogénéisation, puis on ajoute le sulfate de soude en sorte que l'épuisement en colorant suive une pente de 1,5 % / mn. Pour la quantité de colorant et le rapport de bain, la quantité de sulfate de soude retenue est de 40 g/l. La fin de la première étape intervient lorsque la quantité de sulfate de soude, correspondant à 40 g/l, a été ajoutée dans le bain. L'agent alcalin est une lessive de soude à 36° Bé, à raison de 2 ml/l. la courbe d'épuisement pour cette seconde étape est la même, à savoir 1,5 %/mn. La fin de la seconde étape intervient lorsque la quantité de lessive de soude prévue a été ajoutée ou lorsqu'aucun épuisement n'est plus constaté après 5 ajoutes successives de lessive de soude. La fixation complète du colorant et les traitements habituels de finition (rincage, savonnage) demandent un temps complémentaire d'environ 30 mn.

L'invention n'est pas limitée aux exemples qui viennent d'être décrits. Il revient à l'homme du métier, dans le cadre du procédé de l'invention, de choisir les deux paramètres qui permettront le mieux de faire varier le plus régulièrement possible la vitesse d'épuisement du bain de teinture, et ce en fonction des matières à teindre et des conditions de teinture.

Revendications

- 1. Procédé de régulation d'un bain de teinture du type selon lequel on suit l'épuisement du bain en colorant par photocolorimétrie, caractérisé en ce que l'on fait varier en deux étapes successives, d'abord un premier puis un second paramètre différent du premier, de manière à ce que l'épuisement du bain en colorants en fonction du temps suive sensiblement une courbe prédéterminée.
- 2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que, s'agissant d'un bain de teinture d'un matériau cellulosique contenant au moins un colorant réactif,dans la première étape on augmente la teneur du bain en électrolytes et dans la seconde étape on augmente la teneur du bain en agents alcalins.
 - 3. Procédé selon la revendication 2 caracté-

4

65

45

50

risé en ce que l'électrolyte et l'agent alcalin ajoutés dans le bain sont respectivement le sulfate de soude et une lessive de soude, et en ce que le passage de la première à la seconde étape intervient quand un apport supplémentaire de sulfate de soude ne fait plus varier l'épuisement du bain.

- 4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que, s'agissant d'un bain de teinture contenant au moins un colorant soluble, ayant une température d'environ 70°C et un pH proche de la neutralité,dans la première étape on fait varier le pH jusqu'au pH convenant à la classe de colorants et dans la seconde étape on fait varier la température du bain jusqu'à 100°C environ.
- 5. Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que la variation du pH est obtenue par addition d'acide, notamment acétique, et en ce que le passage de la première étape à la seconde intervient quand le pH est égal à 5.
- 6. Application du procédé selon l'une des revendications 4 et 5 à la régulation des bains chauds de recyclage.
- 7. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé de la revendication 1 caractérisé en ce qu'il comporte :
 - a. un capteur photocolorimétrique comprenant une chambre de mesure (4) dans laquelle le bain de teinture (3) circule, un bloc optique constitué au moins d'une source de lumière blanche (10) placée d'un côté de la chambre et des moyens (9) de traitement capables de mesurer à des intervalles de temps déterminés, à partir du flux lumineux transmis par le bain, la variation de concentration du bain dans chacun des colorants.
 - b. des moyens de comparaison (16), pour chaque colorant, de la vitesse d'épuisement constatée entre deux mesures successives par rapport à une vitesse présélectionnée,
 - c. des premiers moyens d'action (17,18), agissant pendant la première phase du cycle de teinture, et commandés par les moyens de comparaison (16) de telle sorte que la vitesse d'épuisement constatée soit proche de la ou des vitesse (s) d'épuisement présélectionnée pour cette première phase,
 - d. et des seconds moyens d'action (19), agissant pendant la seconde phase de cycle de teinture, et commandés par les moyens de comparaison (16) de telle sorte que la vitesse d'épuisement constatée soit proche de la ou des vitesse (s) d'épuisement présélectionnée (s) , pour cette seconde phase.
- 8. Dispositif selon la revendication 7 caractérisé en ce que les premiers et/ou seconds moyens d'action consistent en des récipients (18) munis de vanne (17) d'alimentation dont l'ouverture et la fermeture sont commandées par les moyens de comparaison (16), lesdits

récipients contenant des agents auxiliaires de teinture donnés.

9. Dispositif selon la revendication 7 caractérisé en ce que les premiers ou seconds moyens d'action consistent dans les moyens (19) de chauffage du bain de teinture munis d'un interrupteur actionné par les moyens de comparaison.

10

15

20

25

30

35

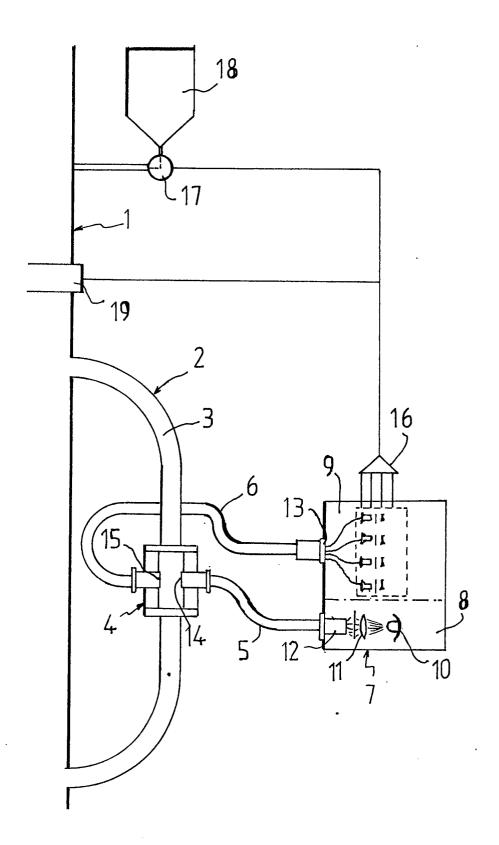
40

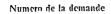
45

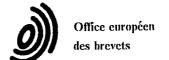
50

55

60







RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

EP 89 40 0137

atégorie	Citation du document avec i des parties per	ndication, en cas de besoin, tinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. CL4)
A	EP-A-126042 (ADCON)		1	D06B23/28
4	WO-A-8606426 (ADCON)			
	FR-A-2552789 (SANDOZ)			
.	FR-A-2399066 (CIBA-GEIG	Y)		
	FR-A-2018134 (BASF)			
	FR-A-1185819 (DRAYTON R	EGULATOR & INSTRUMENT		
				
				DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
				D06B
Le pi	résent rapport a été établi pour to			
23.04 (1) 24 (1)		Date d'achèvement de la rechetche 02 MAI 89	PETI	Fxamiuateur T J.P.
	CATEGORIE DES DOCUMENTS	E : document de	ncipe à la base de l'i brevet antérieur, mai	nvention s publié à la
Y: pai	rticulièrement pertinent à lui seul rticulièrement pertinent en combinaise tre document de la même catégorie			