



12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt : **93401217.0**

51 Int. Cl.⁵ : **B08B 3/04, C23G 5/02,
C11D 7/26**

22 Date de dépôt : **13.05.93**

30 Priorité : **18.05.92 FR 9205983**

43 Date de publication de la demande :
24.11.93 Bulletin 93/47

84 Etats contractants désignés :
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LI LU NL
PT SE**

71 Demandeur : **ELF ATOCHEM S.A.**
4 & 8, Cours Michelet La Défense 10
F-92800 Puteaux (FR)

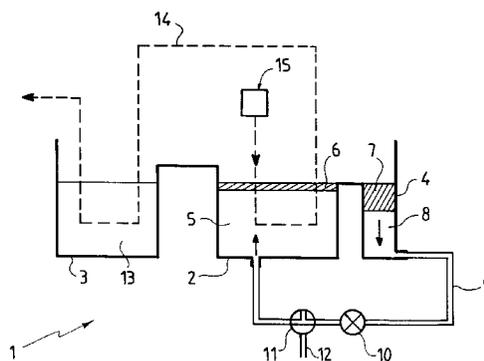
72 Inventeur : **Lallier, Jean-Pierre**
136, rue Aristide Briand
F-92300 Levallois-Perret (FR)
Inventeur : **Bignon, Daniel**
7 bis, boulevard Verdun
F-94120 Fontenay-sous-Bois (FR)

74 Mandataire : **Kaplan, Jean-Pierre et al**
Elf Atochem S.A., Département Propriété
Industrielle, La Défense 10, Cédex 42
F-92091 Paris La Défense (FR)

54 **Procédé de dégraissage d'une pluralité d'objets.**

57 Ce procédé consiste à dégraisser une pluralité d'objets (15) à l'aide d'un liquide de dégraissage, chaque objet ayant une surface recouverte d'une couche d'un corps gras. Le liquide de dégraissage utilisé a une tension d'adhésion supérieure à celle du corps gras sur la surface de chaque objet et il est pratiquement immiscible ou seulement partiellement miscible avec le corps gras.

L'opération de dégraissage consiste à recouvrir la couche de corps gras par ledit liquide afin de décrocher le corps gras et à le mettre en suspension dans ledit liquide, à séparer l'objet de la suspension, à récupérer cette dernière pour la séparer en deux phases et à recycler la phase (5, 8) comportant essentiellement du liquide de dégraissage.



La présente invention se rapporte au domaine technique du traitement de surfaces d'objets manufacturés, et, plus précisément, au dégraissage industriel d'une pluralité d'objets.

Un dégraissage a pour but d'éliminer de la surface d'un objet tous les produits gras et les diverses salissures qu'il contient, afin que cette surface rendue propre retrouve les propriétés physico-chimiques intrinsèques de la matière qui la forme.

Cette matière est en général un métal ou un alliage métallique notamment à base de cuivre, fer, aluminium, zinc ou encore un métal précieux comme l'or ou le platine. Elle peut être également un verre minéral, une céramique ou une matière plastique.

Comme le rappelle la publication : "Comparaison des différentes méthodes de dégraissage des métaux, Procédés aqueux et procédés aux solvants - European chlorinated solvent association - CEFIC - Brussels Décembre 1990 pp. 1-15", les opérations de dégraissage constituent une étape essentielle dans tous les processus de production et conduisent à l'amélioration de la qualité et de la fiabilité des produits.

Selon cette publication, les procédés de dégraissage se divisent essentiellement en deux catégories: 1° les procédés de dégraissage à base de solvants chlorés, - au trempé ou en phase vapeur - utilisés dans l'industrie depuis les années 1920 ; 2° les procédés aqueux nécessitant des formulations complexes à base d'eau, d'agents de saponification (soude, potasse, silicates, borates ou carbonates) et de tensio-actifs, et une opération de rinçage à l'eau déminéralisée pour l'obtention d'une surface exempte de taches.

L'impact de ces procédés sur l'environnement peut être considéré par les thèmes suivants:

- (a) les rejets dans l'eau
- (b) les problèmes de déchets
- (c) les émissions atmosphériques
- (d) l'énergie.

En ce qui concerne les rejets dans l'eau, les pollutions résultent d'une mauvaise gestion des déchets ou, dans le cas des solvants chlorés, de déversements accidentels liés à un stockage ou des manipulations inadaptés.

Les effluents générés par les procédés aqueux peuvent être purifiés par ultrafiltration et/ou distillation et recyclés. Néanmoins, ces techniques demeurent complexes, coûteuses et consommatrices d'énergie.

En ce qui concerne les déchets, les résidus provenant du dégraissage aux solvants chlorés contiennent essentiellement des huiles et des graisses. Le taux de solvant chloré de ces résidus peut être abaissé par distillation. Le résidu final très concentré doit être éliminé selon la législation en vigueur - (voir la référence : Manipulation des résidus et déchets de solvants chlorés Chimie et Industrie, (1988), 522-525.

Le dégraissage par procédé aqueux génère des effluents contenant les produits chimiques de départ contaminés par les huiles et graisses éliminées. Ces effluents doivent être traités en station d'épuration et les boues produites posent le problème de leur élimination.

En ce qui concerne les émissions atmosphériques, les législations en vigueur deviennent très sévères et en ce qui concerne le trichloroéthane-1,1,1, le protocole de Montréal révisé à Londres en 1990 prévoit un gel des utilisations à partir de 1993 et son interdiction à partir de 2005.

En matière d'énergie, les procédés aqueux nécessitent, en général, plus d'énergie que les procédés fonctionnant aux solvants chlorés principalement lorsqu'une étape de séchage est nécessaire. Si cette étape peut être évitée, la consommation d'énergie des procédés aqueux peut se révéler inférieure.

L'énergie considérée ci-dessus couvre la production des substances chimiques utilisées, le nettoyage proprement dit ainsi que le recyclage et l'élimination des déchets.

La publication R.E. Brunig et J.F. Fallot, Nettoyage industriel état actuel des techniques, Oberfläche Surface, N° 6, 1991, SHZ Fachverlag Zurich, Suisse, attire l'attention sur l'évolution de la législation face aux techniques de nettoyage utilisant des solvants chlorés. C'est ainsi que le nettoyage industriel par solvants chlorés sera éventuellement interdit aux USA (Californie) et qu'en Allemagne la législation imposera à court terme une étanchéité quasi parfaite des machines utilisant des solvants chlorés.

Dans le cas des procédés aqueux, notamment nettoyage industriel par lessives, il est question d'édicter des normes strictes, en particulier en Allemagne, pour limiter la consommation d'eau et éviter des problèmes de traitement des eaux usées dans les stations d'épuration communales.

Le but de la présente invention est de trouver un procédé de dégraissage industriel qui n'ait pas les inconvénients des deux procédés rappelés ci-dessus, notamment en ce qui concerne l'impact possible sur l'environnement.

Dans le domaine technique de l'industrie du pétrole, le problème de la récupération des fractions lourdes de pétrole, emprisonnées dans les structures poreuses des champs pétrolifères, a fait l'objet d'études, en particulier par M.V. Ostrovky et E. Nestaas dans Colloids and Surfaces, 26(1987) 351-373.

Ces auteurs ont étudié théoriquement l'équilibre mécanique d'une goutte d'huile sur une surface solide et plane, en présence d'une phase aqueuse. L'huile peut se détacher de la surface solide si sa tension superficielle multipliée par le cosinus de son angle de contact, à savoir sa tension d'adhésion, est inférieure à la tension d'adhésion de la phase aqueuse de cette même surface solide. Leurs études de laboratoire ont montré que la présence d'un agent tensio-actif dans

la phase aqueuse était indispensable pour obtenir le détachement de l'huile.

M. V. Ostrovsky dans *Colloids and Surfaces*, 32 (1988) 173-175 a publié une étude théorique portant sur les paramètres que doivent avoir les tensio-actifs dans un liquide pour détacher une huile d'une surface solide, lisse, homogène, isotrope et non déformable.

Le but de la présente invention, tel qu'indiqué ci-dessus, est obtenu par un procédé de dégraissage d'une pluralité d'objets à l'aide d'un liquide de dégraissage, chaque objet ayant une surface recouverte au moins partiellement d'une couche d'un corps gras, caractérisé en ce que ledit liquide ayant une tension d'adhésion supérieure à celle du corps gras sur la surface de chaque objet et étant pratiquement immiscible ou seulement partiellement miscible avec le corps gras, ledit procédé consiste, pour chaque objet :

a/ à recouvrir la couche de corps gras par le liquide de dégraissage, avec éventuellement une action mécanique conjointe notamment ultra-sons, afin de décrocher le corps gras de la surface en le mettant en suspension dans le liquide, la surface de l'objet se recouvrant alors du liquide qui a plus d'affinité pour la surface,

b/ à séparer ensuite l'objet de ladite suspension afin d'obtenir l'objet avec une surface recouverte d'une mince couche dudit liquide,

c/ à récupérer la suspension et à la séparer en deux phases distinctes :

- une première phase comportant essentiellement du corps gras,
- une deuxième phase comportant essentiellement du liquide de dégraissage,

d/ à recycler cette deuxième phase à l'étape a/.

Dans l'étape a/, la couche de corps gras est recouverte du liquide de dégraissage par tout moyen adapté et notamment par aspersion par jet ou spray ou encore par immersion de la surface de l'objet dans le liquide de dégraissage.

L'utilisation d'un jet sous pression provoque également une action mécanique facilitant le décrochement de la couche de corps gras recouvrant la surface de l'objet.

Il est possible aussi d'agiter chaque objet dans le liquide de dégraissage.

Ce procédé présente de multiples avantages par rapport aux procédés connus de l'état de la technique.

Le liquide de dégraissage étant choisi de telle façon qu'il soit pratiquement immiscible ou seulement partiellement miscible avec le corps gras, il n'y a pas de phénomènes de dilution totale du corps gras par un solvant comme c'est le cas par exemple avec les solvants chlorés.

Le corps gras est recueilli pratiquement non dilué ou très peu dilué, ce qui correspond à un rassemblement des différentes couches des corps gras des objets soumis au procédé selon l'invention.

Le liquide de dégraissage, formant une deuxième phase distincte de celle formant le corps gras rassemblé, est recyclé avec un excellent rendement de récupération.

Comme le corps gras est pratiquement immiscible avec le liquide de dégraissage, ou y est très peu soluble, ce liquide ne contient dissous à l'état d'équilibre qu'un faible pourcentage en poids de corps gras. Il n'y a donc pas de pollution significative du liquide de dégraissage par le corps gras.

Le liquide de dégraissage peut ne pas comporter d'agent tensio-actif. Lorsque le liquide de dégraissage ne comporte pas de surfactant, cela présente un avantage de simplification de la formulation de ce même liquide.

Avantageusement, le liquide de dégraissage ne comporte pas d'atome d'halogène organique. Par halogène organique, on entend un halogène entrant dans la formule chimique d'un composé organique. Ainsi, le procédé évite toutes les législations contraignantes actuelles et futures sur l'utilisation des produits organohalogénés.

Avantageusement, le liquide de dégraissage comporte de l'alcool benzylique.

De manière toute préférée, le liquide de dégraissage comporte du diacétone-alcool. Le liquide peut être du diacétone-alcool pur ou contenir des additifs, notamment une faible quantité en pourcentage en poids de méthanol ou d'eau par rapport au poids total du liquide ou encore des esters mono- et/ou di-méthyl phosphorique.

De préférence, le liquide de dégraissage a une tension d'adhésion égale ou supérieure à 30×10^{-3} N/m ; cette tension d'adhésion est en effet généralement supérieure à celle d'un corps gras sur une surface métallique.

Les corps gras susceptibles d'être traités par le procédé peuvent être de toute sorte notamment d'origine animale, végétale, minérale ou encore de synthèse.

De préférence, chaque objet est choisi de façon que sa surface comporte des groupes polaires hydrophiles. Ceci facilite le départ de la couche de corps gras ayant un caractère lipophile marqué.

Avantageusement, la surface à nettoyer est métallique, mais elle peut être également en un verre minéral ou en céramique, ou encore en un polymère organique.

Un autre avantage du procédé réside dans le fait qu'à l'étape a/, le liquide de dégraissage peut être maintenu à une température voisine de la température ambiante, par exemple dans une gamme comprise entre 15°C et 40°C.

Par contre, il est possible à l'étape c/, pour faciliter la séparation des deux phases de prévoir un refroidissement de la suspension pour diminuer encore, si de besoin, la très faible solubilité du corps gras dans le liquide de dégraissage et la très faible solubilité du

liquide de dégraissage dans le corps gras.

Il est possible également de solidifier par refroidissement la première phase comportant essentiellement du corps gras pour faciliter sa récupération en tant que déchets.

Avantageusement, le liquide de dégraissage est choisi de façon à ce qu'il soit évaporable à une température inférieure ou égale à 100°C sous la pression normale. Ceci permet qu'après l'étape b/, on évapore la mince couche dudit liquide recouvrant la surface de l'objet.

De préférence, le liquide de dégraissage est choisi pour être miscible avec un solvant évaporable à une température inférieure ou égale à 100°C sous pression normale.

Ainsi le diacétone-alcool (DA) ou 4-hydroxy-4-méthyl pentanone-2 qui est, dans le procédé selon l'invention, un des liquides de dégraissage préférés, est miscible avec les alcools, les esters et l'eau.

De plus, le diacétone-alcool a une tension de vapeur très faible (133 Pa à 20°C), 100 fois plus faible que celle du solvant chloré T 111, un point éclair de +62°C (en coupe fermée), une bonne stabilité en milieu neutre, à température ambiante et en présence de métaux.

D'une manière préférée, le solvant évaporable est choisi parmi l'eau, l'acétone, le méthanol, l'éthanol ou un de leurs mélanges.

Avantageusement, après l'étape b/, la surface de l'objet recouverte d'une mince couche de liquide de dégraissage est lavée avec le solvant évaporable, ce qui a pour effet d'éliminer cette couche de liquide et de la remplacer momentanément par une couche de solvant. La surface est ensuite séchée ce qui donne une surface sans corps gras.

A l'étape c/ du procédé, il est obtenu une deuxième phase comportant essentiellement du liquide de dégraissage. Le corps gras même s'il est pratiquement immiscible avec ce liquide peut s'y dissoudre très faiblement. Avant de procéder à l'étape d/ de recyclage de cette deuxième phase, on préfère la purifier sur une matière pulvérulente à adsorption sélective, notamment charbon actif, afin de diminuer la teneur en corps gras voire éliminer totalement le corps gras dissous dans cette deuxième phase et obtenir du liquide de dégraissage ayant sensiblement une composition identique à celle qu'il avait avant tout dégraissage.

Cette purification peut également être faite par rectification.

L'étape c/ peut être réalisée par décantation. On obtient alors deux phases distinctes, l'une de ces phases recouvrant l'autre, l'ensemble étant contenu dans un récipient adapté.

Dans le cas où la première phase à base de corps gras est surnageante au-dessus de la deuxième phase à base de liquide de dégraissage, il a été trouvé d'une manière surprenante que le dégraissage de

chaque objet pouvait être réalisé par immersion de chaque objet dans la deuxième phase en passant par la première puis en extrayant chaque objet en sens inverse, en passant en dernier lieu par la première phase à base de corps gras. En effet, le corps gras roule ou glisse sur la mince couche de liquide de dégraissage recouvrant la surface de l'objet.

En plus de la description précédente, l'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples suivants dans lesquels l'exemple 7 est donné en référence à la figure unique du dessin schématique annexé.

EXEMPLES

Deux procédures différentes ont été utilisées pour évaluer l'efficacité du dégraissage.

Première procédure

Une plaque d'acier inoxydable NM 22S enduite d'huile de vaseline (huile totalement aliphatique) est trempée pendant 15 min. dans le solvant testé à température ambiante et sans utiliser d'ultra-sons. Afin d'écourter le séchage, la plaque est rapidement rincée au méthanol (cet alcool est un mauvais dégraissant), puis séchée à température ambiante. Dix gouttes d'eau sont réparties sur les deux faces de la plaque, ce qui donne au total 20 mesures d'angle de contact déterminées au goniomètre (Cet angle est déterminé selon "Testing Surfaces for Cleanliness, W.C. Jones, Metal Finishing, October 1985, p. 13").

La performance du dégraissage s'évalue par le calcul de la moyenne. L'écart-type des mesures donne une idée de l'homogénéité du dégraissage. Cette procédure statique par simple trempage sans utiliser d'ultra-sons a pour intérêt d'évaluer uniquement l'aptitude d'un solvant déterminé. L'utilisation d'ultra-sons, d'une agitation, d'une aspersion, d'une élévation de température sont autant de facteurs permettant d'accroître l'efficacité du dégraissage.

Seconde procédure

Un mélange d'huiles polaires et apolaire a été utilisé en remplacement de l'huile de vaseline ci-dessus. Le mélange est constitué de 50% en volume d'huile de vaseline, 25% d'huile ELF Aleda EE 40 (huile minérale phosphochlorée), 25% en volume d'huile Etilrelf BFE 53 (huile entièrement sans chlore). Une plaque métallique est dégraissée en suivant la procédure ci-dessus. L'évaluation du dégraissage en utilisant ce mélange de 3 huiles a été faite par observation de l'étalement de l'eau sur la plaque. Un système de notation de 0 à 3 a été utilisé :

note = 3 : le mouillage de la surface (acier, inox ou aluminium) est très bon.

note = 2 : l'eau s'étale assez bien mais ensuite, on ob-

serve un certain retrait

note = 1 : le mouillage n'est que partiel

note = 0 : l'eau ne mouille pas la surface. C'est le cas d'une surface enduite du mélange des 3 huiles.

Suivant cette seconde procédure, les tests ont été effectués à plus grande échelle (bains de 10 litres). Les ultra-sons ont parfois été utilisés. Des additifs au diacétone-alcool ont parfois été ajoutés.

Les tensions d'adhésions (TA) ont été déterminées à 20°C, pour l'huile de vaseline et les différents solvants indiqués dans les exemples ci-après, et sont exprimées en milli-Newton par mètre.

Exemple 1

En utilisant la première procédure, il a été comparé divers solvants oxygénés aux solvants dégraissants halogénés classiques.

- plaque d'acier enduite de vaseline (TA = 30) : = 90°
- plaque après 15 min. de dégraissage au T 111 (trichloroéthane, TA = 25) : = 52° ± 11°
- plaque après 15 min. de dégraissage au trichloroéthylène (TA = 26) : = 48° ± 10°
- plaque après 15 min. de dégraissage au trifluorotrichloroéthane F 113 : = 57° ± 4°
- plaque après 15 min. de dégraissage au méthanol (TA = 23) : = 69° ± 9°
- plaque après 15 min. de dégraissage au méthylisobutylcarbinol (TA = 23) : = 62° ± 8°
- plaque après 15 min. de dégraissage à l'éthylamylcétone (TA = 28) : = 72° ± 6°
- plaque après 15 min. de dégraissage à la méthylisobutylcétone (TA = 24) : = 68° ± 6°
- plaque après 15 min. de dégraissage au diacétone-alcool (TA = 31) : = 56° ± 6°
- plaque après 15 min. de dégraissage à la N-méthylpyrrolidone (TA = 36) : = 72° ± 8°
- plaque après 15 min. de dégraissage au diméthylsulfoxyde (TA = 34) : = 66° ± 5°
- plaque après 15 min. de dégraissage à l'alcool benzylique (TA = 39,5) : = 60° ± 5°

Cet exemple permet bien de retrouver les très bonnes propriétés dégraissantes des solvants halogénés (angle de contact de l'eau inférieur à 60°). De façon tout à fait inattendue, le diacétone-alcool donne un très bon dégraissage à température ambiante, avec une bonne homogénéité des mesures angulaires et avec une efficacité comparable aux solvants halogénés. L'alcool benzylique a donné de bons résultats, cependant inférieurs à ceux obtenus par l'utilisation du diacétone-alcool. Ces deux solvants agissent, en raison de leurs tensions d'adhésions supérieures à 30, par un mécanisme essentiellement de détergence et non de solubilisation comme c'est le cas pour les solvants halogénés.

Par contre la N-méthylpyrrolidone pure et le di-

méthylsulfoxyde pur, bien que thermodynamiquement aptes à détacher l'huile de la surface, n'ont pas conduit à de bonnes performances de dégraissage. Cependant ces deux solvants peuvent faire partie chacun d'un liquide de dégraissage pour augmenter sa polarité et adapter ainsi sa tension d'adhésion à la tension d'adhésion du corps gras sur l'objet à dégraisser.

Exemple 2

L'évaluation de l'efficacité du dégraissage a été la même que dans l'exemple 1. Les tests avec le diacétonealcool ont été effectués suivant la première procédure (trempage 15 min. dans le solvant à température ambiante). Les performances du diacétonealcool ont été comparées à celles du trichloroéthane T 111 utilisé à chaud.

- plaque d'acier enduite d'huile de vaseline : = 90°
- plaque après 15 min. de dégraissage au DA : = 56° ± 6°
- plaque après 15 min. de dégraissage au DA additivé de 3% de méthanol(% en poids par rapport au poids de DA) : = 52° ± 2,5°
- plaque après 7 min. de dégraissage au T 111 à ébullition : = 61° ± 2,5°
- plaque après 7 min. de dégraissage au T 111 vapeur : = 63° ± 4,5°
- plaque après 3 min. de dégraissage au T 111 à ébullition, suivi d'un trempage d'une min. dans T 111 à température ambiante, suivi de 3 min. de dégraissage au T 111 vapeur : = 54° ± 2,5°

Le diacétone-alcool est plus performant que le T 111 à ébullition ou le T 111 en phase vapeur, ce qui est particulièrement remarquable puisque le DA est utilisé à température ambiante. Le diacétone-alcool additivé de 3% (p/p) de méthanol et utilisé à température ambiante, est aussi efficace qu'un cycle trempage T 111 ébullition., trempage T 111, à température ambiante, rinçage T 111 en phase vapeur. Ce cycle est couramment utilisé dans les machines de dégraissage. Il est d'ailleurs beaucoup plus performant qu'une seule des 3 opérations.

Exemple 3

En utilisant la première procédure, le diacétonealcool a été comparé à une lessive aqueuse, ainsi qu'à de nouveaux substituts à base d'éthers de propylène glycol ou de leurs mélanges avec des coupes pétrolières.

- plaque d'acier enduite d'huile de vaseline : = 90°
- plaque après 15 min. de dégraissage au DA : = 56° ± 6°
- plaque après 15 min. de dégraissage dans une

lessive aqueuse GL 1740 (à 50°C) : = 56°,5 ± 10°

- plaque après 15 min. de dégraissage au 2-méthoxy-propanol-1 : = 61° ± 7,5°
- plaque après 15 min. de dégraissage dans un mélange 2-méthoxy-propanol-1 et coupe pétrolière en C₈-C₁₁ : = 63° ± 10°

Malgré les bons résultats qu'elle donne, l'utilisation d'une lessive aqueuse nécessite un chauffage (50°C) ainsi qu'un rinçage important à l'eau distillée en raison d'importants dépôts de sels.

Le diacétone-alcool, même non additivé de méthanol, est plus efficace que les dégraissants à base de 2-méthoxy-propanol-1.

Exemple 4

Dans cet exemple, nous avons utilisé un mélange de 3 huiles polaires et apolaire. Le mélange a servi à enduire les plaques d'acier mais également à polluer le bain de dégraissage. Il est constitué de 50% en volume d'huile de vaseline (d = 0,86), de 25% en volume d'huile Aleda EE 40 (d = 0,896) et de 25% en volume d'huile Etirelf BFE 53 (d = 0,935). Les deux premières huiles sont insolubles dans le diacétone-alcool. La troisième est soluble à 60% (en volume par rapport au volume de DA) dans le diacétone-alcool. On estime que le mélange des 3 huiles est soluble à seulement 20% volume/volume dans le diacétone-alcool. Cette faible solubilité dans un cas très défavorable où l'on a des huiles très polaires permet donc une diminution considérable de la pollution des bains de dégraissage.

Des tests utilisant la seconde procédure ont été effectués avec le DA.

Tests avec huile de vaseline

- plaque d'acier enduite d'huile de vaseline : note = 0
- après 15 min. de dégraissage au DA sans ultrasons : note = 1,5
- après 5 min. de dégraissage au DA avec ultrasons : note = 2
- après 10 min. de dégraissage au DA avec ultrasons : note = 2,5
- après 15 min. de dégraissage au DA avec ultrasons : note = 3

Tests avec le mélange des 3 huiles

- plaque d'acier enduite du mélange des 3 huiles : note = 0
- après 15 min. de dégraissage au DA avec ultrasons : note = 2-2,5

A une échelle plus importante (plaques d'acier de 10 cm² et bains de 10 l), le diacétone-alcool conduit à des résultats très performants aussi bien avec l'huile

de vaseline qu'avec un mélange polaire de 3 huiles.

Pollution du bain de dégraissage avec le mélange des 3 huiles

- plaque d'acier enduite du mélange des 3 huiles : note = 0
- après 15 min. de dégraissage au DA pollué par 3,5% (v/v) du mélange des 3 huiles et l'application d'ultra-sons : note = 0
- après 15 min. de dégraissage au DA additivé de 3% de MeOH (poids/poids) : note = 2
- après 15 min. de dégraissage au DA additivé de 5% de méthyl ester phosphorique (en poids par rapport au poids de DA) neutralisé par la triéthanolamine et 5% d'eau : note = 2

En additivant le diacétone-alcool de méthanol ou de méthyl ester phosphorique, on arrive encore à un bon dégraissage même lorsque le bain est pollué par une teneur de 3,5% en volume du mélange des 3 huiles (Ce qui équivaut au dégraissage de 3500 plaques).

Exemple 5

Les plaques d'acier inoxydables NM 22S ont été enduites par une huile choisie parmi trois huiles différentes, puis dégraissées avec une composition liquide comprenant, en pourcentages en poids, 89% de DA, 10% d'eau et 1% d'un mélange 50/50 en poids de mono- et di-méthyl ester de l'acide phosphorique, neutralisé par de la triéthanolamine.

Le dégraissage est pratiqué pendant 5 minutes avec ultrasons, selon la première procédure, mais l'évaluation du dégraissage est faite par l'observation de l'étalement de l'eau sur la plaque de manière analogue à l'exemple 4. Les résultats sont les suivants:

- huile de vaseline : note = 2 - 3
- mélange des 3 huiles : note = 2 - 3
- huile MAGNA BDX 68 (CASTROL) : note = 0

Exemple 6

Le dégraissage est pratiqué d'une manière analogue à l'exemple 5, mais avec un liquide de dégraissage constitué de 50% en poids de DA et 50% en poids de Diméthylsulfoxyde:

- huile MAGNA BDX 68 : note = 2 - 3

Exemple 7

Cet exemple décrit, en référence à la figure unique, un prototype de machine de dégraissage 1 à deux bains utilisant le diacétone-alcool (DA). Les tests d'évaluation du dégraissage sont effectués suivant la seconde procédure.

Cette machine 1 comporte une première cuve 2 partiellement remplie du premier bain qui se présente sous la forme d'une première phase d'huile 6 recouvrant une deuxième phase 5 comportant essentiellement du diacétonealcool (DA).

La phase surnageante 6 vient déborder dans le décanteur 4 en formant une colonne d'huile 7 dont la hauteur dans le décanteur augmente lors du nettoyage successif des objets.

Cette colonne d'huile 7 surnage au-dessus d'une couche 8 de DA en provenance du débordement de la cuve 2 ou de la finition de la décantation des phases 5, 6.

Une canalisation 9, équipée d'une pompe 10 et d'une vanne 11 à trois voies, relie le bas du décanteur 4 au fond de la cuve 2.

Cette canalisation et sa pompe permettent de recycler la couche 8 de DA dans la deuxième phase 5 de la cuve 2 ou de diriger l'huile de la colonne 7 vers une canalisation 12 de récupération de l'huile pour son traitement ultérieur comme déchet.

Cette machine 1 comporte également une seconde cuve 3 partiellement remplie d'un bain 13 de DA qui ne reçoit les objets ou pièces à dégraisser qu'après leur passage successif dans les phases 5 et 6 de la première cuve 2.

Le trajet de dégraissage, par immersion des objets, est matérialisé par la ligne pointillée 14 pour un objet 15.

Le premier bain permet d'enlever la majeure partie de l'huile. Celle-ci vient décanter à la surface du DA et se retrouve dans la phase supérieure du décanteur 4. Une bonne partie de la pollution du premier bain est ainsi éliminée. Toutefois, certaines huiles polaires sont solubles dans le DA. Pour avoir un très bon dégraissage, l'installation est complétée par le second bain 13 de DA propre qui sert à la finition du dégraissage et dont la durée de vie est très élevée.

Le premier bain de DA est pollué par 3,5% en volume du mélange des 3 huiles.

- Dégraissage 10 min. seulement dans le premier bain : note = 0,5
- Dégraissage 5 min. (premier bain) + 5 min. (deuxième bain) : note = 2,5

Ce procédé de dégraissage à température ambiante est donc particulièrement efficace. De plus, il entraîne une pollution très lente des bains de dégraissage. Dans des conditions extrêmes de pollution, il s'avère encore performant.

Revendications

1. Procédé de dégraissage d'une pluralité d'objets (15) à l'aide d'un liquide de dégraissage, chaque objet ayant une surface recouverte au moins partiellement d'une couche d'un corps gras, caractérisé en ce que ledit liquide ayant une tension

d'adhésion supérieure à celle du corps gras sur la surface de chaque objet et étant pratiquement immiscible ou seulement partiellement miscible avec le corps gras, ledit procédé consiste, pour chaque objet :

a/ à recouvrir la couche de corps gras par le liquide de dégraissage, avec éventuellement une action mécanique conjointe notamment ultra-sons, afin de décrocher le corps gras de la surface en le mettant en suspension dans le liquide, la surface de l'objet se recouvrant alors du liquide qui a plus d'affinité pour la surface,

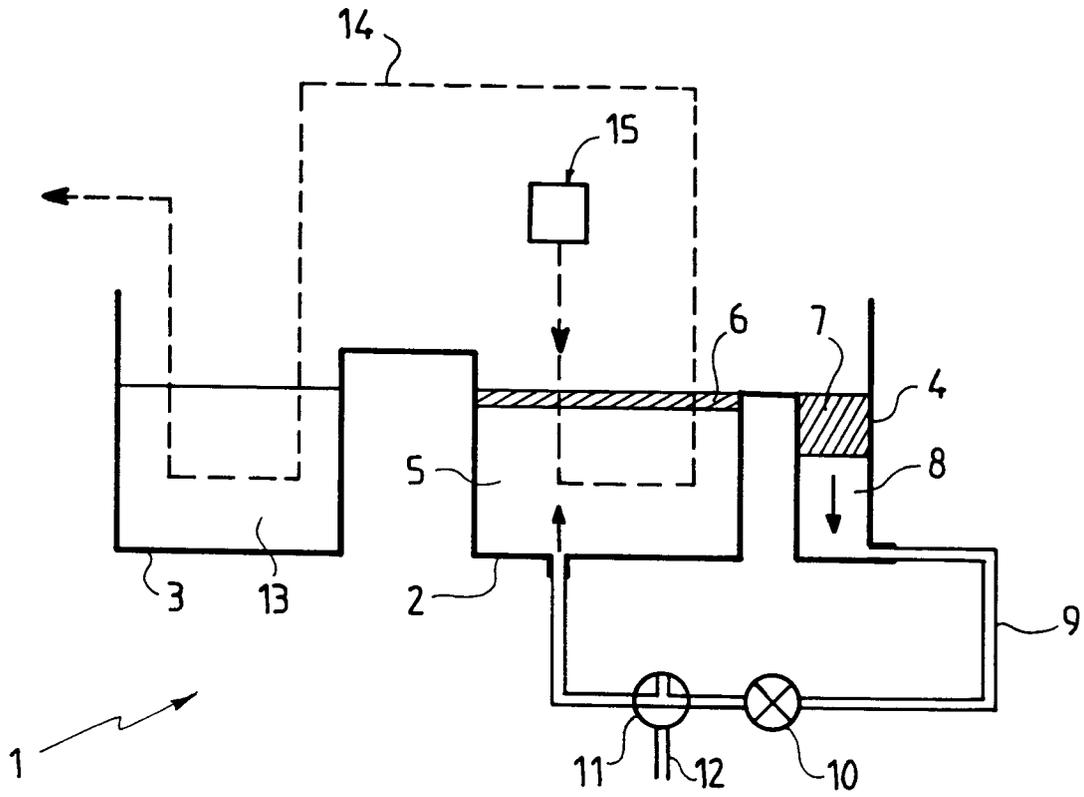
b/ à séparer ensuite l'objet de ladite suspension afin d'obtenir l'objet avec une surface recouverte d'une mince couche dudit liquide, **c/** à récupérer la suspension et à la séparer en deux phases distinctes :

- une première phase (6,7) comportant essentiellement du corps gras,
- une deuxième phase (5,8) comportant essentiellement du liquide de dégraissage,

d/ à recycler cette deuxième phase à l'étape a/.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le liquide de dégraissage ne comporte pas d'agent tensio-actif.
3. Procédé suivant l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que le liquide de dégraissage ne comporte pas d'atome d'halogène organique.
4. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le liquide de dégraissage comporte du diacétone-alcool.
5. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le liquide de dégraissage comporte de l'alcool benzylque.
6. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le liquide de dégraissage a une tension d'adhésion égale ou supérieure à $30 \cdot 10^{-3}$ N/m.
7. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que chaque objet a une surface qui comporte des groupes polaires hydrophiles.
8. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que ladite surface est métallique.
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que ladite surface est en verre minéral ou en céramique.

10. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que ladite surface est en un polymère organique. 5
11. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'étape a/ est pratiquée à une température du liquide de dégraissage maintenue entre 15 et 40° C. 10
12. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que le liquide de dégraissage est évaporable à une température inférieure ou égale à 100° C sous pression normale. 15
13. Procédé suivant la revendication 12, caractérisé en ce qu'après l'étape b/ on évapore la mince couche dudit liquide recouvrant la surface de l'objet. 20
14. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que le liquide de dégraissage est miscible avec un solvant évaporable à une température inférieure ou égale à 100°C sous la pression atmosphérique. 25
15. Procédé suivant la revendication 14, caractérisé en ce que le solvant évaporable est choisi parmi l'eau, l'acétone, le méthanol, l'éthanol ou un de leurs mélanges. 30
16. Procédé suivant la revendication 14 ou 15, caractérisé en ce que après l'étape b/ la surface de l'objet recouverte d'une mince couche dudit liquide est lavée avec le solvant évaporable, puis séchée afin d'obtenir une surface sans corps gras. 35
17. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que la deuxième phase comportant essentiellement du liquide est purifiée sur une matière pulvérulente à adsorption sélective, notamment charbon actif, avant d'être recyclée à l'étape a/ du procédé. 40
18. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 17, caractérisé en ce que l'étape a/ est réalisée par immersion de l'objet dans le liquide de dégraissage. 45
19. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 18, caractérisé en ce que la séparation de l'étape c/ est réalisée par décantation. 50
20. Procédé suivant la revendication 19, caractérisé en ce que l'étape a/ de dégraissage est réalisée par immersion de chaque objet dans la deuxième phase recouverte par la première phase et la séparation de l'étape b/ en extrayant chaque objet de la deuxième phase puis de la première phase. 55





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 93 40 1217

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
Y	EP-A-0 360 866 (INSTITUT KHIMI NEFTI SIBISKOGO OTDELENIA AKADEMII NAUK USSR) * page 8, colonne 23 - page 9, colonne 30 * * page 14, ligne 5 - ligne 32 * * page 16, ligne 21 - ligne 23 * ---	1-16, 18-20	B08B3/04 C23G5/02 C11D7/26
Y	FR-A-2 531 805 (VIDEOCOLOR) * page 2, ligne 29 - page 3, ligne 30 * ---	1-16, 18-20	
A	GB-A-2 104 104 (PROTECTIVE FINISHING GROUP) * page 1, colonne 1, ligne 33 - page 1, colonne 2, ligne 123 * -----	1-20	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			B08B C23G C11D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26 AOUT 1993	Examinateur SCHMIDT H.R.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1500 (03.82) (P0402)