

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 209 279 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
29.05.2002 Bulletin 2002/22

(51) Int Cl.7: **D06M 16/00**, D06M 13/48,
D06M 15/564, D06M 15/263

(21) Numéro de dépôt: **01204486.3**

(22) Date de dépôt: **22.11.2001**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **24.11.2000 FR 0015457**

(71) Demandeur: **R-Stat SA
69120 Vaulx-en-Velin (FR)**

(72) Inventeur: **Sannejan, Philippe, c/o R-Stat
69120 Vaulx-en-Velin (FR)**

(74) Mandataire: **Richebourg, Michel François
Cabinet Michel Richebourg,
"Le Clos du Golf",
69, rue Saint-Simon
42000 Saint Etienne (FR)**

(54) **Procédé de fixation de principes anti-acariens sur des fibres et fils, notamment textiles, notamment polyester, et produits ainsi obtenus**

(57) L'invention concerne un procédé pour conférer des propriétés anti-acariennes à des fibres ou fils, qui consiste à imprégner lesdites fibres ou lesdits fils d'au moins un agent actif, puis de fixer cet agent par un système de liant(s) et de réticulant(s), notamment des fibres ou fils synthétiques telles que polyamide, polyester, polypropylène et / ou des fibres naturelles telles que laine, coton, lin, soie et/ou des fibres ou fils artificiel(le) s telles que viscose, acétate et leurs mélanges.

Les liants sont des préparations à base de copolymères d'esters acryliques ou de résines de polyuréthane dans la N-méthyl-2-pyrrolidone et le réticulant est une préparation à base de dérivés aminés dont notamment éthylène-imine.

Applications dans tous domaines, domestique,

hospitalier et médical, hôtelier, transport aérien, maritime et analogue, tous domaines industriels, spatial, aéronautique et analogues, aussi bien pour les literies, les revêtements textiles, les rideaux, housses, et analogues., notamment Articles de literie (tissus d'enveloppes de couettes, oreillers, sommiers et protège-matelas; couil matelas; garnissage de couettes, oreillers, matelas et sommiers), Articles de décoration et d'ameublement (moquettes, tissus de rideaux, tous tissus d'ameublement, garnissage de fauteuils et canapés), Jouets (tissus ou tricots d'enveloppe, garnissage) et notamment un textile tridimensionnel de polyester tel qu'une nappe de garnissage.

EP 1 209 279 A1

Description

Secteur technique de l'invention :

5 **[0001]** La présente invention concerne le secteur technique des fibres et fils techniques, et plus particulièrement des fibres ou fils synthétiques et/ou fibres ou fils artificiel(le)s et/ou des fibres naturelles auquel(le)s on souhaite conférer des propriétés anti-acariennes, ainsi que les produits, notamment textiles, ainsi obtenus et présentant ces propriétés, et leurs applications dans tous domaines, domestique, hospitalier et médical, hôtelier, transport aérien, maritime et analogue, tous domaines industriels, spatial, aéronautique et analogues, aussi bien pour les literies, les revêtements
10 textiles, les rideaux, housses, et analogues, notamment :

● Articles de literie :

- tissus d'enveloppes de couettes, oreillers, sommiers et protège-matelas, couil matelas,
- garnissage de couettes, oreillers, matelas et sommiers.

● Articles de décoration et d'ameublement :

- moquettes, tissus de rideaux, tous tissus d'ameublement, garnissage de fauteuils et canapés.

● Jouets :

tissus ou tricots d'enveloppe, garnissage,
et notamment un textile tridimensionnel de polyester tel qu'une nappe de garnissage.

[0002] Par « produits textiles » on entendra dans toute la présente demande, y compris les revendications,

- les fibres et fils, les associations de tels fils et / ou fibres, les tissus ou textiles réalisés totalement ou partiellement à partir de ces fibres et fils et / ou de ces associations, les textiles (ou tissus) de type naturel, synthétique ou artificiel, auxquels ces fibres et / ou fils auront été intégrés, incorporés etc... par tous moyens, et tous les produits analogues aux « textiles » qui viennent d'être décrits et accessibles directement à l'homme de métier,
- ainsi que les masses de fibres, et analogues, ne se présentant pas sous forme de surface plane, ou au contraire mis sous une forme spéciale, placés dans une housse, enveloppe, ou autre contenant, etc....

[0003] De même, « fibre » pourra désigner des fibres élémentaires, mais aussi des groupes de fibres ou des mélanges de fibres de types différents.

Problème technique posé :

[0004] Le problème principal réside dans la fixation d'au moins un principe actif anti-acariens sur des fibres ou fils, et la résistance de cette fixation (et donc des propriétés qui en découlent) dans diverses conditions usuelles comme : résistance au lavage, notamment.

[0005] Un problème particulier est attaché à un tel traitement des fibres polyester ou dérivés. Cette fibre polyester suscite un très gros intérêt chez les fabricants de couettes et oreillers. En effet, la demande de ces articles traités anti-acariens est en très forte croissance.

[0006] On sait notamment que les acariens se répartissent approximativement comme suit: 80 % dans la literie, 15 % dans les revêtements textiles, 5% dans d'autres textiles comme les rideaux et analogues.

[0007] Or, on rencontre à ce jour de grandes difficultés à obtenir de bons produits, notamment présentant une bonne activité à des doses de principe actif acceptables (c'est-à-dire suffisamment faibles au regard de l'environnement, de la toxicité, etc.....) et néanmoins une bonne ou très bonne résistance au lavage.

[0008] Cette résistance au lavage est évidemment essentielle au plan industriel et commercial. Avec les techniques actuelles, on ne dépasse pas à ce jour, au mieux, 10 lavages notamment dans les emplois de literie.

Art antérieur :

[0009] Aujourd'hui seule la housse de la couette ou de l'oreiller est traitée par imprégnation du tissu en plein bain dans une solution de perméthrine mais le garnissage n'est pas traité car aucun fabricant ne propose de fibres pour garnissage ainsi traitées. Or c'est dans le garnissage que se développe la plus forte population d'acariens.

[0010] • La société RHOVYL™ a mis au point et breveté sous le n° FR 2773823 une fibre de polychlorure de vinyle chloré, aux propriétés acaricides, obtenue par filage d'un matériau polymérique, en l'occurrence le collodion de PCV, dans lequel a été introduit au préalable l'agent acaricide. RHOVYL™ n'utilise comme agent acaricide que le benzoate de benzyle mais le brevet décrit l'utilisation de tous les agents acaricides bien connus: benzoate de benzyle mais aussi carbamates, pyréthrinoides et pyréthrines (familles auxquelles appartient la perméthrine).

[0011] Il ne s'agit pas d'une technique de fixation à la surface de la fibre au moyen de liants et/ou de réticulants.

[0012] Il semble que l'on n'utilise que 20 à 30 % de RHOVYL™.

[0013] De plus, un produit comme une couette par exemple doit être à la fois volumineuse, ET souple ET légère ; or la fibre de polychlorure de vinyle chloré dans la demande de brevet citée précédemment ne présente pas les caractéristiques de résilience et de légèreté exigées par cette application.

[0014] Le brevet EP 0 357 957 a été déposé par TEIJIN et décrit une technique de fixation des agents acaricides sur des fibres à l'aide de différents fixateurs, employant une technique de thermofixage et /ou l'utilisation d'un système de pores et de capillaires. Les agents acaricides sont très différents de la perméthrine ou de tout pyréthrinolide.

[0015] Les brevets japonais JP 07054208 et JP 06272112 ne présentent qu'un intérêt au titre de l'arrière plan technologique, cité dans le brevet RHOVYL™. Il s'agit de fibres composites à noyau entouré d'une enveloppe.

- Il existe un brevet déposé par Avondale Mills aux USA en 1996 (EP 0 787 851) couvrant une technique pour améliorer l'efficacité et la résistance aux lavages d'un tissu insecticide.

L'agent insecticide est de la perméthrine mais aucune action acaricide n'est décrite ou suggérer et la technique est une technique absolument classique d'imprégnation sur des tissus (toiles de tente en l'occurrence) et non des fibres, et ne concerne a fortiori absolument pas la fixation sur des fibres. De plus, cette technique contraint à utiliser des doses élevées de perméthrine 1,25 g d'agent / m² soit env. 7 g / kg de tissu traité.

- Il existe également un brevet déposé par la société ABEIL™ en 1997, FR 2 763 928, qui décrit une technique qui consiste à faire traiter le tissu d'enveloppe de la couette ou de l'oreiller par un agent antiacarien, en l'occurrence de la perméthrine et utiliser pour le garnissage de la fibre antibactérienne obtenue par filature conjointe du polymère de polyester et d'un agent antibactérien (Triclosan™ ou zéolite). Ce brevet ne décrit donc pas la technique consistant à greffer de la perméthrine sur de la fibre qui sera utilisée pour le garnissage.

[0016] Il existe donc un besoin important et reconnu pour des textiles et tissus anti-acariens, notamment en fibres ou fils de polyester et de coton ou comportant de tel(le)s fibres ou fils, possédant des propriétés qui doivent être fortement améliorées, notamment la résistance au lavage.

[0017] Notamment, un problème consiste à éviter l'emploi d'un tissu barrière ou protecteur comme une housse, qui serait inconfortable car formant également une barrière contre une bonne ventilation (problèmes de transpiration, humidité etc....).

[0018] En ce qui concerne les procédés connus pour fixer un principe actif dans ou sur une fibre, on peut réaliser une synthèse et indiquer que l'on connaît actuellement trois voies principales :

- procédé au solvant où un collodion (polymère dispersé en colloïdes dans un solvant) reçoit l'additif qui est introduit dans une pâte ou un gel (ex. brevet RHOVYL™), après quoi on fait passer au travers d'une filière (filage) pour obtenir des fibres traitées.
- procédé au fondu, très proche du précédent, sauf en ce que l'additif est introduit dans un polymère fondu, après quoi on opère le filage (ex. technologie Du Pont™ pour ses fibres antibactériennes).
- techniques de greffage chimique ou radicalaire sur un polymère à doubles liaisons éthyléniques.

[0019] Ces trois techniques existent actuellement pour rendre un textile antiacarien et sont décrites plus en détail ci-dessous :

- *Le simple vaporisation de solutions antiacariennes sur un textile.*

[0020] Cette technique peut-être employée à la maison à l'aide de pulvérisation ou « spray » ou shampoings vendus

dans le commerce, souvent à base de pyréthriinoïdes.

[0021] Cette technique très simple de mise en oeuvre ne présente aucune rémanence. L'agent antiacariens disparaît au premier lavage.

- 5 - *L'imprégnation de surfaces textiles tissées ou tricotées avec des agents acaricides en solution tels que le perméthrine.*

[0022] Cette technique peut être améliorée par l'utilisation conjointe de liants polymériques mais elle présente plusieurs inconvénients :

- 10 - elle présente une faible tenue aux lavages,
- elle ajoute une opération après le tissage ou le tricotage,
- 15 - elle ne s'applique qu'aux textiles bi-dimensionnels.

[0023] Les textiles tri-dimensionnels et particulièrement les garnissages utilisés dans la literie et l'ameublement ne peuvent pas être ainsi traités.

- 20 - *Le filage conjoint d'un matériau polymérique et d'un agent acaricide préalablement mélangés.*

[0024] Cette technique a été brevetée par RHOVYL™ sous le n° 277 3823. Il s'agit d'un mélange de collodion de polychlorure de vinyl et d'un agent acaricide choisi parmi les pyréthriinoïdes, les carbamates et le benzoate de benzyle.

25 **[0025]** Cette technique permet d'obtenir une bonne tenue aux lavages mais elle ne concerne que les fibres de PVC, d'acétate de cellulose, d'acryliques et de viscose. Or l'usage de ces fibres est limité. En particulier les tissus et garnissage pour literie (draps, enveloppes de couettes et d'oreillers, garnissage) sont fabriqués à base de polyester, de coton ou de plumes et duvets naturels.

[0026] De plus, ces fibres sont à utiliser en mélange ce qui complique et renchérit les opérations avant filature ou cardage.

30 **[0027]** Par ailleurs, une technique de fixation d'agent acaricide directement sur des fibres synthétiques a été décrite dans le brevet TEIJIN EP 0357 957, Mais il s'agit d'une technique de vaporisation, sans aucun liant ; avec des agents acaricides très inhabituels. Il semble plutôt s'agir d'agents antibactériens (par exemple le Triclosan™). On peut donc mettre très sérieusement en doute la réelle performance antiacarienne de ces fibres et surtout la tenue aux lavages qui, en l'absence de liants, doit être voisine de 0 lavage.

35 **[0028]** Aucune des techniques développées à ce jour ne permet de conférer des propriétés antiacariennes durables à des fibres et fils synthétiques notamment polyamide ou polyester et/ou des fibres et fils artificiel(le)s et/ou des fibres naturelles et plus particulièrement, il n'existe aucune fibre antiacarienne parfaitement adaptée à l'emploi en garnissage d'oreillers, couettes et jouets et analogues. Or, c'est bien dans les garnissages que se développent le plus les acariens de la maison.

40 **[0029]** La présente invention concerne une quatrième voie qui réside essentiellement en une fixation directe (qui n'est PAS un greffage) sur un polymère grâce à un système liant / réticulant.

Résumé de l'invention :

45 **[0030]** L'invention concerne dans son concept général un procédé pour conférer des propriétés anti-acariennes à des fibres ou fils, caractérisé en ce qu'il consiste à imprégner lesdites fibres ou lesdits fils d'au moins un agent actif, puis de fixer cet agent par un système de liant(s) et de réticulant(s).

[0031] Le procédé est notamment caractérisé en ce qu'il consiste à imprégner des fibres ou fils synthétiques tel(le)s que polyamide, polyester, polypropylène, polytriméthylène téréphtalate (PTT), acrylique, modacrylique, aramide, 50 polychlorure de vinyl et/ou fibres ou fils artificiel(le)s tel(le)s que viscose, acétate et / ou fibres naturelles telles que laine, coton, lin, soie etc....

[0032] Dans un mode de réalisation préféré, le procédé est notamment caractérisé en ce qu'il consiste à imprégner des fibres synthétiques, notamment polyester ou dérivé de polyester, d'au moins un agent actif, puis de fixer cet agent par un système de liant(s) et de réticulant(s).

55 **[0033]** De préférence, on utilisera un système de liant(s) et de réticulant(s) agissant au séchage de la fibre ou fil.

[0034] Selon un mode de réalisation préféré, les liants sont des préparations à base de copolymères d'esters acryliques ou de résines de polyuréthane dans la N-méthyl-2-pyrrolidone et leurs taux varient de 1 à 7 %, de préférence de 1,5 à 6 % du poids de la matière textile sèche.

[0035] Selon encore un mode de réalisation préféré, le réticulant est une préparation à base de dérivés aminés dont notamment éthylène-imine.

[0036] Selon un mode de réalisation préféré, le réticulant est choisi parmi les préparations à base de dérivés aminés dont l'éthylène-imine et son taux d'application varie de 0,10 à 0,70 %, de préférence de 0,15 % à 0,6 % du poids de la matière textile sèche.

[0037] Un résultat particulièrement intéressant a été obtenu grâce à la combinaison d'un liant d'esters acryliques ou de résines de polyuréthane et d'un réticulant à base d'éthylène-imine, conduisant à une excellente tenue aux lavages testée selon la norme EN 26330.

[0038] L'homme de métier saura, au besoin par quelques essais de routine, adapter ces systèmes aux fibres et fils support concernés, et utiliser des systèmes équivalents.

[0039] La technique de fixation d'agents acaricides selon l'invention s'applique à des fibres ou fils synthétiques et/ou fibres ou fils artificiel(le)s et / ou fibres naturelles etc....

[0040] On utilisera éventuellement un mélange de tel(le)s fibres ou fiis.

[0041] Selon un mode de réalisation préféré, on utilisera tous les agents anti-acariens connus, comme de préférence la perméthrine ou un pyrèthrinoïde et le benzoate de benzyle et les carbamates.

[0042] Notamment, pyrèthre, perméthrine, deltaméthrine, les carbamates ou le benzoate de benzyle.

[0043] Le taux de fixation de l'agent antiacarien varie de 0,03 à 0,5%, de préférence de 0,1 % à 0,5 % du poids de la matière textile sèche.

[0044] Selon encore un mode de réalisation préféré, le procédé est caractérisé en ce que on opère en solution de l'agent actif (ou d'un mélange ou combinaison d'agents actifs) dans au moins un solvant, ou dans un système solvant adapté.

[0045] Selon encore un mode de réalisation préféré, ladite solution (ci-après « solution solvant ») est mise en émulsion de manière connue, pour son utilisation dans le procédé selon l'invention.

[0046] Les techniques d'émulsion, ainsi que les agents de mise en émulsion, sont bien connus de l'homme de métier, et aucune référence plus précise n'est nécessaire.

Description détaillée de l'invention :

[0047] L'invention concerne donc le procédé qui vient d'être décrit, et qui sera développé ci-dessous.

[0048] La présente invention présente les avantages surprenants ci-dessous :

➤ **Flexibilité** : alors que les techniques de co-extrusion d'un polymère et d'un agent antiacarien imposent de mettre en oeuvre de grandes quantités de fil ou fibre par opération (environ 5 000 kg), la technique de fixation directement sur la fibre ou fil autorise des minimums de 100 kg par opération.

➤ **Versatilité** : cette technique peut s'appliquer à de nombreux types de fils et fibres variables selon la matière, synthétique ou naturelle, mais aussi selon la frisure, la section, le titre, la longueur de coupe.

[0049] On peut traiter des fils continus de 17 dtex à 5 000 dtex, de section ronde ou multilobée, mono ou multifilaments, écru ou teints, de polyamide, polyester, polypropylène, PTT, viscose, acétate. On peut traiter des fibres discontinues de 1,5 dtex à 80 dtex, de section ronde, creuse ou multilobée, écru ou teintes, de polyamide, polyester, polypropylène, PTT, PBT, coton, laine, lin, viscose, acétate.

[0050] Elle est la seule technique permettant d'adapter exactement le fil ou la fibre à son application textile.

[0051] Elle est par exemple la seule technique permettant de rendre parfaitement antiacarien un textile tridimensionnel de polyester tel qu'une nappe de garnissage.

➤ **Sécurité** : cette technique permet une répartition parfaitement homogène de l'agent actif sur les fibres et fils. Celles-ci étant ensuite mélangées dans les différents procédés textiles, on assure une répartition parfaitement homogène du traitement dans le tissu ou dans la nappe de garnissage.

[0052] Cet aspect est particulièrement important lorsqu'il s'agit de textiles à fonction santé.

➤ **Economie** : deux techniques de fixation peuvent être mises en oeuvre :

★ application de l'agent actif, du liant et du réticulant sur des fibres déjà coupées, en autoclave puis essorage et séchage/réticulation.

★ application de l'agent actif, du liant et du réticulant sur du câble continu de fibres puis extraction, séchage/

réticulation et coupe.

[0053] Ces deux techniques et plus particulièrement la deuxième offrent un avantage significatif de coût de production grâce à leur vitesse d'exécution.

[0054] Ces fils et ces fibres ainsi traités peuvent être utilisés dans de nombreuses applications.

[0055] Les fils seront assemblés ou non à d'autres fils conventionnels puis tissés ou tricotés en pur ou en mélange.

[0056] Les fibres seront soit filées puis tissées ou tricotées, en pur ou en mélange, soit cardées puis utilisées en garnissage, soit entremêlées ou aiguilletées pour réaliser un non-tissé.

[0057] L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, et des exemples non limitatifs ci-dessous.

EXEMPLES

TECHNIQUE DE FABRICATION :

[0058] Deux techniques peuvent être mises en oeuvre :

- traitement à la continue sur une ligne d'imprégnation, séchage, réticulation, coupe.
- traitement par lot en autoclave.

1

Le traitement à la continue est le traitement préférable :

[0059] Il consiste à passer un câble continu de fibres synthétiques de 20 à 180 ktex ou un tricot continu de fils de 20 g à 180 g/mètre dans un bac d'imprégnation contenant la solution d'agent(s) acaricide(s), de liant(s) et de réticulant (s); à extraire par succion ou d'exprimer par foulardage l'excédent de solution emporté pour obtenir un taux d'emport de la solution de 30 % à 60 %, de préférence 45 %, puis à sécher et réticuler la solution dans un four à air chaud dont la température est de 80 à 150°C, de préférence 100°C; à vaporiser une solution d'huile minérale ou de silicones selon l'application finale de la fibre ou du fil; et enfin à couper ce câble de fibres à la longueur adaptée à l'application soit de 30 à 150 mm ou à détricoter et bobiner le fil sur tubes ou sur cônes.

[0060] Ce traitement peut se faire à des vitesses allant jusqu'à 100 m/min voire plus en adaptant la longueur des bacs d'imprégnation.

2)

[0061] Le traitement par lot en autoclave consiste à remplir un autoclave soit d'une masse de fibres coupées soit de bobines de fils dont le fût est percé et qui sont enfilés sur des tubes eux-mêmes percés ; injecter dans l'autoclave la solution d'agent(s) antiacariens, de liant(s) et de réticulant(s) jusqu'à complet remplissage ; essorer par centrifugation ou par succion la masse de fibres ou les bobines de fils puis sécher et réticuler dans un four statique. L'huile minérale ou le silicone seront soit mélangés à la solution d'imprégnation soit vaporisés ultérieurement.

[0062] L'agent antiacarien est dans cet exemple non limitatif de réalisation choisi parmi la famille des pyréthrinoides : pyrèthre, perméthrine, deltaméthrine, les carbamates ou le benzoate de benzyle. Le taux de fixation de l'agent antiacarien varie de 0,03 % à 0,5 % du poids de la matière textile sèche.

[0063] Le liant est choisi parmi les préparations à base de copolymères d'esters acryliques ou les résines de polyuréthane. Le taux d'application varie de 1,5 % à 6 % du poids de la matière textile sèche.

[0064] Le réticulant est choisi parmi les préparations à base de dérivés aminés dont l'éthylène-imine et son taux d'application varie de 0,15 % à 0,6 % du poids de la matière textile sèche.

RESULTATS :**1) Traitement sur filé de fibres de polyester/coton tricotés.**

5 Dose : 0,03% de permethrine

[0065] + 5% de liant et 0,5% de réticulant

10

Nombre d'acariens / % de mortalité			
	8 jours	4 semaines	6 semaines
15 Témoin	48	180	775
20 Essai à 0 lavage	0/100 %	0/100 %	0/100 %
Essai après 10 lavages - 60°C	0/100 %	0/100 %	0/100 %

2) Traitement sur fibres polyester en câble traitées avec 0,5% de perméthrine, 5% de liant et 0,5% de réticulant, coupées puis cardées en nappe de garnissage

[0066]

5

10

15

20

25

30

35

Nombre d'acariens / % de mortalité			
	8 jours	4 semaines	6 semaines
Témoin - non traité	50	224	730
0,5 % Permethrine			
5 % liant	3/94 %	0/100 %	0/100 %
0,5 % réticulant			
0 lavage			
0,5 % Permethrine			
5 % liant	4/92 %	0/100 %	0/100 %
0,5 % réticulant			
10 lavages - 60°C			

MESURE DE L'EFFICACITE DE TRAITEMENTS DE TEXTILES DESTINES A LUTTER CONTRE LES ACARIENS DE LA POUSSIERE

40

Echantillons 1, 3, 4, 1L5, 3L5, 5, 5L5, 7, 7L5

TRICOTS REALISES AVEC DES FILS DE FIBRES POLYESTER/COTON TRAITÉS

45

DOSE : 0,03% de perméthrine

1) PRINCIPE

50

[0067] L'objet de cette étude est d'évaluer l'impact de traitements de textiles sur l'évolution d'une population d'acarien de la poussière (*Dermatophagoïdes pteronyssinus*) en comparaison avec une population non soumise au produit.

[0068] Cette recherche est effectuée par dépôt d'acariens sur des supports imprégnés ou non des principes actifs.

[0069] Le suivi s'effectue sur une durée d'au moins deux cycles, soit 6 semaines.

2) ELEVAGE D'ORIGINE DES ACARIENS :

55

[0070] Les acariens utilisés (*Dermatophagoïdes pteronyssinus*) proviennent d'une souche de laboratoire élevée sur un substrat composé d'un mélange 50/50 (masse/masse) de germes de blé et de levure de bière en paillettes calibrées par tamisage (fragments de taille inférieure à 1mm). La température est comprise entre 23 et 25°C et l'humidité relative

maintenue à 75% par la mise en présence d'une solution saturée de sulfate d'ammoniaque $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$; la souche est conservée à l'obscurité.

[0071] La souche est fournie par le Laboratoire des Insectes et Acariens des Denrées de l'Institut National de Recherches Agronomiques de Bordeaux (I.N.R.A.).

3) METHODE EXPERIMENTALE :

[0072] L'unité expérimentale est constituée par une enceinte de 5 cm de diamètre étanche aux acariens (pas de fuites) mais autorisant une aération (papier filtre) et dans laquelle se trouve :

- 0,05 g de substrat nutritif / poussière destiné à assurer la survie alimentaire
- une parcelle de textile tapissant le sol de cette arène

La recherche est effectuée par dépôt de 25 couples d'acariens dans ces dispositifs.

Les acariens destinés aux essais sont préalablement triés afin de récupérer les plus actifs.

4 répétitions sont réalisées par facteur expérimental, y compris pour les lots TEMOIN constitués du même dispositif mais avec le support sans traitement.

Les unités expérimentales sont isolées par facteur dans des "banks" (bacs en polypropylène avec maintien d'humidité relative) et mises en conditions optimales de développement (idem conditions d'élevage §2).

4) CONTROLES ET RESULTATS FOURNIS :

[0073] La mortalité est déterminée par comptage sous loupe binoculaire (avec compteur à main) grâce à la méthode mise au point et validée par l'I.N.R.A. de Bordeaux.

La mortalité est contrôlée 8 jours, 4 semaines et 6 semaines après dépôt des acariens sur les supports traités ou témoins.

Les mesures seront réalisées par le même expérimentateur et les critères de mortalité sont les suivants :

- sont classés comme morts, les acariens incapables de se déplacer,
- sont classés comme vivants, les acariens capables de se déplacer.

Les résultats présentent les évolutions parallèles des populations d'acariens, soumises ou non au traitement, afin de mettre en évidence l'impact du traitement sur la colonie en développement. Le critère d'efficacité est explicité au paragraphe 6.

5) PLAN EXPERIMENTAL

[0074]

- coton standard non traité
- références : 1, 3, 4, 1L5, 3L5, 5, 5L5, 7, 7L5

6) RESULTATS

6.1. Présentation :

[0075] Les comptages donnent les données en nombre d'acariens survivants. Ces valeurs sont converties en % de mortalité dans un premier temps. Les données brutes figurent en Annexe.

Etant donné qu'il s'agit de comparer quel est l'impact du traitement sur l'évolution de la population d'acariens par rapport au "non-traité", la valeur d'expression retenue pour l'expression graphique des résultats sera le :

COEFFICIENT DE CONTROLE DE LA POPULATION D'ACARIENS = CP

$$CP = \frac{\text{Population du non-traité} - \text{Population du lot traité}}{\text{Population du non-traité}} \times 100$$

[0076] Cette valeur sera donc le coefficient d'efficacité du produit.

- plus ce coefficient sera proche de 0, et moins le traitement sera efficace puisque la population progressera au même rythme que dans le cas du non-traité ;
- plus ce coefficient sera proche de 100, et plus le traitement sera efficace en ayant éradiqué la population d'acariens et enrayé son processus d'expansion.

[0077] Les tableaux et graphiques en pages suivantes présentent la synthèse des données pour les différentes séries expérimentales.

6.2. Analyse :

[0078] L'expansion naturelle des lots non traités valide l'essai dans la mesure où cela confirme les conditions extrêmement favorables auxquelles sont soumises les éprouvettes : les populations d'acariens non soumises aux traitements ont en effet eu un facteur d'accroissement de 12 à 15 (plus de 700 individus obtenus à partir de 50 au départ).
NOTE : s'agissant d'un traitement de fond, l'efficacité du traitement s'évalue en fonction de la réduction de population d'acariens après 2 cycles de développement (6 semaines).

Commentaires :

[0079] Dans les conditions de ces essais, avec les échantillons, souches d'acariens et méthodologie utilisés :

Première série :

[0080]

- l'échantillon 1 a donné d'excellents résultats avec un contrôle parfait des populations d'acariens sur deux cycles de développement.
- les échantillons 3 et 4 ont aussi conduit à des réductions satisfaisantes (86% et 79% respectivement).

Deuxième série :

[0081]

- les échantillons 5, 5L5, 7 et 7L5 ont donné d'excellents résultats avec un contrôle parfait des populations d'acariens sur deux cycles de développement.
- les échantillons 1L5 et 3L5 ont donné des résultats insuffisants pour être exploitables.

[0082] Les résultats sont présentés dans le Tableau I) ci-dessous et le Tableau II

TABLEAU I

M=morts V=vivants %M=%mortalité (par rapport au total)

	rep	8 j			4 sem	6 sem
		M	V	%M	nombre d'acariens vivants	nombre d'acariens vivants
témoin	1	1	49	2,0	159	813
	2	4	46	8,0	186	695
	3	2	49	3,9	198	842
	4	4	46	8,0	174	748
	moy			5,5	179,3	774,5

1 0,03% perméthrine 1% liant acrylique 0,1% réticulant	1	38	12	76,0	11	0
	2	34	17	66,7	7	0
	3	42	8	84,0	5	0
	4	41	9	82,0	3	0
	moy			77,2	6,5	0,0

pourcentage d'efficacité =				96,4	100,0	
3 50% polyester 50% coton	1	16	34	32,0	67	128
	2	18	30	37,5	91	115
	3	21	29	42,0	74	96
	4	13	37	26,0	60	108
	moy			34,4	73,0	111,8

pourcentage d'efficacité =				59,3	85,6	
4 67% polyester 33% coton	1	10	40	20,0	94	112
	2	7	43	14,0	71	184
	3	11	38	22,4	89	210
	4	9	41	18,0	75	153
	moy			18,6	82,3	164,8

pourcentage d'efficacité = 54,1 78,7

Commentaires concernant le tableau I :

[0083] Les résultats de l'échantillon 1 (0,03% de perméthrine - 1% de liant et 0,1% de réticulant) sont assez satis-

EP 1 209 279 A1

faisants mais le taux de perméthrine doit être un peu augmenté pour obtenir 90% à 100% de mortalité des 8 jours.

[0084] Les résultats des échantillons 3 et 4 (0,03% de perméthrine, sans liant ni réticulant) montrent des résultats très insuffisants.

TABLEAU II

FILÉS 50% POLYESTER / 50% COTON TRICOTÉS avec 0,03% PERMETHRINE

M=morts V=vivants %M=%mortalité (par rapport au total)

	rep	8j			6 sem
		M	V	% M	nombre d'acariens vivants
témoin	1	3	47	6,0	865
	2	2	48	4,0	730
	3	2	48	4,0	658
	4	2	48	4,0	571
	moy			4,5	706,0
1L5 1% liant 0-1% réticulant lavé 10 fois 60°C	1	23	27	46,0	289
	2	21	29	42,0	375
	3	29	20	59,2	268
	4	24	26	48,0	410
	moy			48,8	335,5
pourcentage d'efficacité =					52,5
3L5 0% liant 0% réticulant lavé 10 fois 60°C	1	8	42	16,0	438
	2	11	39	22,0	562
	3	17	34	33,3	417
	4	15	35	30,0	520
	moy			25,3	484,3
pourcentage d'efficacité =					31,4
5 2,5% liant 0,25% réticulant 0 LAVAGE	1	44	6	88,0	0
	2	49	2	96,1	0
	3	42	8	84,0	0
	4	50	0	100,0	0
	moy			92,0	0
pourcentage d'efficacité =					100,0
5L5 2,5% liant 0,25% réticulant 10 lavages 60°C	1	48	2	96,0	0
	2	43	7	86,0	0
	3	49	1	98,0	0
	4	47	3	94,0	0
	moy			93,5	0
pourcentage d'efficacité =					100,0
7 5% liant 0,5% réticulant 0 LAVAGE	1	50	0	100,0	0
	2	50	0	100,0	0
	3	50	0	100,0	0
	4	51	0	100,0	0
	moy			100,0	0
pourcentage d'efficacité =					100,0
7L5 5% liant 0,5% réticulant 10 lavages 60°C	1	50	0	100,0	0
	2	50	0	100,0	0
	3	50	0	100,0	0
	4	50	0	100,0	0
	moy			100,0	0
pourcentage d'efficacité =					100,0

Commentaires sur le tableau II :

[0085] Tous les échantillons sont des tricots de filés de fibres 50% coton / 50% polyester traitées avec 0,03% de perméthrine.

[0086] Les résultats démontrent que :

- l'utilisation d'un liant et d'un réticulant est indispensable pour obtenir une tenue suffisante du traitement aux lavages
- le taux de liant doit être supérieur à 2,5%. 5% donne de très bons résultats avec une mortalité de 100% à 8 jours même après 10 lavages à 60°C
- le taux de réticulant doit être supérieur à 0,25%. 0,5% donne de très bons résultats avec une mortalité de 100% à 8 jours même après 10 lavages à 60°C
- pour une application textile bidimensionnelle telle que ces tricots de filés de fibres, un très faible taux de perméthrine de 0,03% est suffisant si l'on utilise un liant et un réticulant

MESURE DE L'EFFICACITE DE TRAITEMENTS DE TEXTILES
DESTINES A LUTTER CONTRE LES ACARIENS DE LA POUSSIERE
NAPPES DE GARNISSAGE POLYESTER ANTI-ACARIENS B ET C

B : 0,03% de perméthrine	}	+5% liant acrylique
C : 0,1% de perméthrine		0,5% réticulant

1) PRINCIPE

[0087] L'objet de cette étude est d'évaluer l'impact de traitements de textiles sur l'évolution d'une population d'acarien de la poussière (*Dermatophagoïdes pteronyssinus*) en comparaison avec une population non soumise au produit. Cette recherche est effectuée par dépôt d'acariens sur des supports imprégnés ou non des principes actifs. Le suivi s'effectue sur une durée d'au moins deux cycles, soit 6 semaines.

2) ELEVAGE D'ORIGINE DES ACARIENS :

[0088] Les acariens utilisés (*Dermatophagoïdes pteronyssinus*) proviennent d'une souche de laboratoire élevée sur un substrat composé d'un mélange 50/50 (masse/masse) de germes de blé et de levure de bière en paillettes calibrées par tamisage (fragments de taille inférieure à 1 mm). La température est comprise entre 23 et 25°C et l'humidité relative maintenue à 75% par la mise en présence d'une solution saturée de sulfate d'ammoniaque $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$; la souche est conservée à l'obscurité.

La souche est fournie par le Laboratoire des Insectes et Acariens des Denrées de l'Institut National de Recherches Agronomiques de Bordeaux (I.N.R.A.).

3) METHODE EXPERIMENTALE :

[0089] L'unité expérimentale est constituée par une enceinte de 5 cm de diamètre étanche aux acariens (pas de fuites) mais autorisant une aération (papier filtre) et dans laquelle se trouve :

- 0,05 g de substrat nutritif / poussière destiné à assurer la survie alimentaire
- une portion du non-tissé tapissant le sol de cette arène La recherche est effectuée par dépôt de 25 couples d'acariens dans ces dispositifs .

[0090] Les acariens destinés aux essais sont préalablement triés afin de récupérer les plus actifs. 4 répétitions sont réalisées par facteur expérimental, y compris pour les lots TEMOIN constitués du même dispositif

mais avec le support sans traitement.

Les unités expérimentales sont isolées par facteur dans des "banks" (bacs en polypropylène avec maintien d'humidité relative) et mises en conditions optimales de développement (idem conditions d'élevage §2).

4) CONTROLES ET RESULTATS FOURNIS :

[0091] La mortalité est déterminée par comptage sous loupe binoculaire (avec compteur à main) grâce à la méthode mise au point et validée par l'I.N.R.A. de Bordeaux.

La mortalité est contrôlée 8 jours et 6 semaines après dépôt des acariens sur les supports traités ou témoins.

Les mesures seront réalisées par le même expérimentateur et les critères de mortalité sont les suivants :

- sont classés comme morts, les acariens incapables de se déplacer,
- sont classés comme vivants, les acariens capables de se déplacer.

Les résultats présentent les évolutions parallèles des populations d'acariens, soumises ou non au traitement, afin de mettre en évidence l'impact du traitement sur la colonie en développement. Le critère d'efficacité est explicité au paragraphe 6.

5) PLAN EXPERIMENTAL

[0092]

- nappes de garnissage polyester non tissée B et C (envoi du 22.06.00)
- témoin de laboratoire (coton non traité et lavé)

6) RESULTATS

6.1. Présentation :

[0093] Les comptages donnent les données en nombre d'acariens survivants. Ces valeurs sont converties en % de mortalité dans un premier temps. Les données brutes figurent en Annexe.

Etant donné qu'il s'agit de comparer quel est l'impact du traitement sur l'évolution de la population d'acariens par rapport au "non-traité", la valeur d'expression retenue pour l'expression graphique des résultats sera le :

COEFFICIENT DE CONTROLE DE LA POPULATION D'ACARIENS =CP

$$CP = \frac{\text{Population du non-traité} - \text{Population du lot traité}}{\text{Population du non-traité}} \times 100$$

[0094] Cette valeur sera donc le coefficient d'efficacité du produit.

- plus ce coefficient sera proche de 0, et moins le traitement sera efficace puisque la population progressera au même rythme que dans le cas du non-traité ;
- plus ce coefficient sera proche de 100, et plus le traitement sera efficace en ayant éradiqué la population d'acariens et enrayé son processus d'expansion.

Les tableaux et graphiques en pages suivantes présentent la synthèse des données pour les différentes séries expérimentales.

6.2. Analyse :

[0095] L'expansion naturelle des lots non-traités valide l'essai dans la mesure où cela confirme les conditions extrêmement favorables auxquelles sont soumises les éprouvettes : les populations d'acariens non soumises aux traitements ont en effet eu un facteur d'accroissement de 12 à 15 (plus de 700 individus obtenus à partir de 50 au départ).

NOTE : s'agissant d'un traitement de fond, l'efficacité du traitement s'évalue en fonction de la réduction de population d'acariens après 2 cycles de développement (6 semaines).

Commentaires :

[0096] Dans les conditions de ces essais, avec les échantillons, souches d'acariens et méthodologie utilisés :

- 5 - les 2 nappes ont montré une efficacité excellente en contrôlant totalement les populations d'acariens en développement (nappe C), ou en les limitant à hauteur de 92% (nappe B).

Résultats en Tableau III

[0097]

TABLEAU III

M=morts V=vivants %M=%mortalité (par rapport au total)

	rep	8 j			4 sem	6 sem
		M	V	%M	nombre d'acariens vivants	nombre d'acariens vivants
témoin (coton non-traité)	1	2	49	3,9	251	758
	2	3	48	5,9	218	699
	3	3	47	6,0	196	743
	4	5	45	10,0	230	712
	moy			6,5	223,8	728,0

B 0,03% perméthrine	1	32	18	64,0	51	89
	2	39	11	78,0	23	40
	3	34	17	66,7	17	58
	4	37	13	74,0	63	46
	moy			70,7	38,5	58,3

pourcentage d'efficacité =				82,8	92,0	
C 0,1% perméthrine	1	27	23	54,0	0	0
	2	29	20	59,2	0	0
	3	28	22	56,0	0	0
	4	25	25	50,0	0	0
	moy			54,8	0,0	0,0

pourcentage d'efficacité = 100,0 100,0

Commentaires sur le tableau III :

[0098] Ces résultats démontrent que :

- Malgré l'utilisation de liant acrylique à 5% et de réticulant à 0,5%, taux maximum pour ne pas altérer les propriétés textiles de la fibre, les taux de perméthrine de 0,03% et de 0,1% sont insuffisants pour entraîner une mortalité à 20%/100% dès 8 jours.

[0099] Ceci est lié à la structure très aérée de la nappe de garnissage par rapport à un textile bidimensionnel tel que tissus et tricotés. Cette structure laisse des espaces de survie aux acariens.

[0100] Il faut donc augmenter les doses d'agents acaricides pour les applications tridimensionnelles.

MESURE DE L'EFFICACITE DE TRAITEMENTS DE TEXTILES DESTINES A LUTTER CONTRE LES ACARIENS DE LA POUSSIERE

Nappe de garnissage polyester anti-acariens A

[0101]

DOSE: 0,5% de perméthrine
5% de liant acrylique
0,5% de réticulant.

1) PRINCIPE

[0102] L'objet de cette étude est d'évaluer l'impact de traitements de textiles sur l'évolution d'une population d'acarien de la poussière (*Dermatophagoïdes pteronyssinus*) en comparaison avec une population non soumise au produit. Cette recherche est effectuée par dépôt d'acariens sur des supports imprégnés ou non des principes actifs.

Le suivi s'effectue sur une durée d'au moins deux cycles, soit 6 semaines.

2) ELEVAGE D'ORIGINE DES ACARIENS :

[0103] Les acariens utilisés (*Dermatophagoïdes pteronyssinus*) proviennent d'une souche de laboratoire élevée sur un substrat composé d'un mélange 50/50 (masse/masse) de germes de blé et de levure de bière en paillettes calibrées par tamisage (fragments de taille inférieure à 1 mm). La température est comprise entre 23 et 25°C et l'humidité relative maintenue à 75% par la mise en présence d'une solution saturée de sulfate d'ammoniaque $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$; la souche est conservée à l'obscurité.

La souche est fournie par le Laboratoire des Insectes et Acariens des Denrées de l'Institut National de Recherches Agronomiques de Bordeaux (I.N.R.A.).

3) METHODE EXPERIMENTALE :

[0104] L'unité expérimentale est constituée par une enceinte de 5 cm de diamètre étanche aux acariens (pas de fuites) mais autorisant une aération (papier filtre) et dans laquelle se trouve :

- 0,05 g de substrat nutritif / poussière destiné à assurer la survie alimentaire
- une portion du non-tissé tapissant le sol de cette arène

La recherche est effectuée par dépôt de 25 couples d'acariens dans ces dispositifs .

Les acariens destinés aux essais sont préalablement triés afin de récupérer les plus actifs.

4 répétitions sont réalisées par facteur expérimental, y compris pour les lots TEMOIN constitués du même dispositif mais avec le support sans traitement.

Les unités expérimentales sont isolées par facteur dans des "banks" (bacs en polypropylène avec maintien d'humidité relative) et mise en conditions optimales de développement (idem conditions d'élevage §2).

4) CONTROLES ET RESULTATS FOURNIS :

[0105] La mortalité est déterminée par comptage sous loupe binoculaire (avec compteur à main) grâce à la méthode mise au point et validée par l'I.N.R.A. de Bordeaux.

La mortalité est contrôlée 8 jours et 6 semaines après dépôt des acariens sur les supports traités ou témoins.

Les mesures seront réalisées par le même expérimentateur et les critères de mortalité sont les suivants :

EP 1 209 279 A1

- sont classés comme morts, les acariens incapables de se déplacer,
- sont classés comme vivants, les acariens capables de se déplacer.

Les résultats présentent les évolutions parallèles des populations d'acariens, soumises ou non au traitement, afin de mettre en évidence l'impact du traitement sur la colonie en développement. Le critère d'efficacité est explicité au paragraphe 6.

5) PLAN EXPERIMENTAL

[0106]

- nappes de garnissage polyester non tissée A (envoi du 22.06.00)
- témoin de laboratoire (coton non traité et lavé)

6) RESULTATS

6.1. Présentation :

[0107] Les comptages donnent les données en nombre d'acariens survivants. Ces valeurs sont converties en % de mortalité dans un premier temps. Les données brutes figurent en Annexe.

Etant donné qu'il s'agit de comparer quel est l'impact du traitement sur l'évolution de la population d'acariens par rapport au "non-traité", la valeur d'expression retenue pour l'expression graphique des résultats sera le :

COEFFICIENT DE CONTROLE DE LA POPULATION DACARIENS =CP

$$CP = \frac{\text{Population du non-traité} - \text{Population du lot traité}}{\text{Population du non-traité}} \times 100$$

Cette valeur sera donc le coefficient d'efficacité du produit.

- plus ce coefficient sera proche de 0, et moins le traitement sera efficace puisque la population progressera au même rythme que dans le cas du non-traité ;
- plus ce coefficient sera proche de 100, et plus le traitement sera efficace en ayant éradiqué la population d'acariens et enrayé son processus d'expansion.

Les tableaux et graphiques en pages suivantes présentent la synthèse des données pour les différentes séries expérimentales.

6.2. Analyse :

[0108] L'expansion naturelle des lots non-traités valide l'essai dans la mesure où cela confirme les conditions extrêmement favorables auxquelles sont soumises les éprouvettes : les populations d'acariens non soumises aux traitements ont en effet eu un facteur d'accroissement de 12 à 15 (plus de 700 individus obtenus à partir de 50 au départ).

NOTE : s'agissant d'un traitement de fond, l'efficacité du traitement s'évalue en fonction de la réduction de population d'acariens après 2 cycles de développement (6 semaines).

Commentaires :

[0109] Dans les conditions de ces essais, avec les échantillons, souches d'acariens et méthodologie utilisés :

- *la nappe a montré une efficacité excellente en contrôlant totalement les populations d'acariens en développement.*

[0110] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau IV ci-dessous

TABLEAU IV

ESSAI nappes de garnissage polyester anti-acariens avec
0,5% de perméthrine, 5% de liant, 0,5% de réticulant

M=morts V=vivants %M=%mortalité (par rapport au total)

		8 j			4 sem	6 sem
					nombre d'acariens	nombre d'acariens
		rep	M	V	%M	vivants
témoin (coton non-traité)	1	2	49	3,9	251	758
	2	3	48	5,9	218	699
	3	3	47	6,0	196	743
	4	5	45	10,0	230	712
	moy			6,5	223,8	728,0

A	1	47	3	94,0	0	0
	2	45	5	90,0	0	0
	3	47	2	95,9	0	0
	4	49	1	98,0	0	0
	moy			94,5	0,0	0,0

pourcentage d'efficacité =				100,0	100,0
----------------------------	--	--	--	-------	-------

Commentaires sur le tableau IV :

[0111] On constate que l'association d'un taux de perméthrine à 0,5%, de liant à 5% et de réticulant à 0,5%, permet d'obtenir d'excellents résultats en structure tridimensionnelle aérée telle que la nappe de garnissage.

[0112] Ces résultats ont été confirmés après 10 lavages à 60°C.

[0113] Conclusions sur les Tableaux I à IV :

- Dans tous les cas d'application, l'utilisation d'un liant acrylique ou polyuréthane et d'un réticulant à base de dérivés aminés est nécessaire pour accrocher l'agent actif perméthrine au support fibres ou fils

- Plus la structure textile finale est aérée et plus il faut augmenter le taux d'agent actif, en l'occurrence la perméthrine.

[0114] Un taux de perméthrine de 0,03 % est suffisant pour une structure bidimensionnelle type tissu ou tricot si il y a association avec liant et réticulant aux taux respectifs de 5 % et 0,5 %.

[0115] Un taux de perméthrine de 0,5 % est nécessaire pour une structure tridimensionnelle très aérée type nappe de garnissage, avec association de 5 % de liant et 0,5 % de réticulant.

[0116] La tenue aux lavages a été mesurée excellente après 10 cycles à 60°C mais ces résultats permettent de penser raisonnablement que la résistance doit se situer à 20 lavages à 60°C.

[0117] L'invention couvre également tous les modes de réalisation et toutes les applications qui seront directement accessibles à l'homme de métier à la lecture de la présente demande, de ses connaissances propres, et éventuellement d'essais simples de routine.

Revendications

1. Procédé pour conférer des propriétés anti-acariennes à des fibres ou fils, **caractérisé en ce qu'il** consiste à imprégner lesdites fibres ou lesdits fils d'au moins un agent actif, puis de fixer cet agent par un système de liant(s) et de réticulant(s).
2. Procédé selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** lesdites fibres ou lesdits fils sont des fibres ou fils synthétiques tel(le)s que polyamide, polyester, polypropylène, polytriméthylène téréphtalate (PTT), acrylique, modacrylique, aramide, polychlorure de vinyl et / ou des fibres ou fils artificiel(le)s tel(le)s que viscose, acétate et / ou des fibres naturelles telles que laine, coton, lin, soie et éventuellement un mélange de ces fibres ou fils.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 **caractérisé en ce que** lesdites fibres sont des fibres synthétiques, notamment polyester ou dérivé de polyester.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 **caractérisé en ce qu'on** utilisera un système de liant(s) et de réticulant(s) agissant au séchage de la fibre.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 **caractérisé en ce que** les liants sont des préparations à base de copolymères d'esters acryliques ou de résines de polyuréthane dans la N-méthyl-2-pyrrolidone et leurs taux varient de 1 à 7 %, de préférence de 1,5 à 6 % du poids de la matière textile sèche.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 **caractérisé en ce que** le réticulant est une préparation à base de dérivés aminés dont notamment éthylène-imine.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 **caractérisé en ce que** le réticulant est choisi parmi les préparations à base de dérivés aminés dont l'éthylène-imine et son taux d'application varie de 0,10 à 0,70 %, de préférence de 0,15 % à 0,6 % du poids de la matière textile sèche.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 **caractérisé en ce que** on emploie la combinaison d'un liant d'esters acryliques ou de résines de polyuréthane et d'un réticulant à base d'éthylène-imine.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 **caractérisé en ce qu'on** utilisera tous les agents anti-acariens connus, comme de préférence la perméthrine ou un pyréthrianoïde. et le benzoate de benzyle et les carbamates, notamment, pyrèthre, perméthrine, deltaméthrine, les carbamates ou le benzoate de benzyle.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 **caractérisé en ce que** le taux de fixation de l'agent antiacarien varie de préférence de 0,03 à 0,5%, de préférence de 0,1 % à 0,5 % du poids de la matière textile sèche.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 **caractérisé en ce qu'on** opère en solution de l'agent actif (ou d'un mélange ou combinaison d'agents actifs) dans au moins un solvant, ou dans un système solvant adapté.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 **caractérisé en ce que** ladite solution (ci-après « solution solvant ») est mise en émulsion de manière connue.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 **caractérisé en ce que** on peut traiter des fils continus de 17 dtex à 5 000 dtex, de section ronde ou multilobée, mono ou multifilaments, écrus ou teints, de polyamide, polyester, polypropylène, PTT, viscose, acétate. On peut traiter des fibres discontinues de 1,5 dtex à 80 dtex, de section ronde, creuse ou multilobée, écruées ou teintées, de polyamide, polyester, polypropylène, PTT, PBT, coton, laine, lin, viscose, acétate.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13 **caractérisé en ce que** deux techniques de fixation peuvent être mises en oeuvre :

* application de l'agent actif du liant et du réticulant sur des fibres ou fils déjà coupé(e)s, en autoclave puis essorage et séchage/réticulation ; ou

* application de l'agent actif, du liant et du réticulant sur du câble continu de fibres ou fils puis extraction,

séchage/réticulation et coupe.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 caractérisé en ce que

- les fils seront assemblés ou non à d'autres fils conventionnels puis tissés ou tricotés en pur ou en mélange, et
- les fibres seront soit filées puis tissées ou tricotées, en pur ou en mélange, soit cardées puis utilisées en garnissage, soit entremêlées ou aiguilletées pour réaliser un non-tissé.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 15 caractérisé en ce que on effectue un traitement à la continue qui consiste à passer un câble continu de fibres synthétiques de 20 à 180 ktex ou un tricot continu de fils de 20 g à 180 g/mètre dans un bac d'imprégnation contenant la solution d'agent(s) acaricide(s), de liant(s) et de réticulant(s); à extraire par succion ou d'exprimer par foulardage l'excédent de solution emporté pour obtenir un taux d'emport de la solution de 30 % à 60 %, de préférence 45 %, puis à sécher et réticuler la solution dans un four à air chaud dont la température est de 80 à 150°C, de préférence 100°C; à vaporiser une solution d'huile minérale ou de silicones selon l'application finale de la fibre ou du fil; et enfin à couper ce câble de fibres à la longueur adaptée à l'application soit de 30 à 150 mm ou à détricoter et bobiner le fil sur tubes ou sur cônes, ce traitement peut se faire à des vitesses allant jusqu'à 100 m/min voire plus en adaptant la longueur des bacs d'imprégnation.

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisé en ce que on effectue un traitement par lot en autoclave qui consiste à remplir un autoclave soit d'une masse de fibres coupées soit de bobines de fils dont le fût est percé et qui sont enfilés sur des tubes eux-mêmes percés; injecter dans l'autoclave la solution d'agent(s) antiacariens, de liant(s) et de réticulant(s) jusqu'à complet remplissage; essorer par centrifugation ou par succion la masse de fibres ou les bobines de fils puis sécher et réticuler dans un four statique. L'huile minérale ou le silicone seront soit mélangés à la solution d'imprégnation soit vaporisés ultérieurement.

18. Fibres ou fils synthétiques, fibres ou fils artificiel(le)s, fibres naturelles et leurs mélanges en combinaisons diverses, notamment de polyamide, polyester, coton, laine, soie, viscose et acétate y compris les fibres et fils, les associations de telles fibres et / ou fibres, caractérisées en ce qu'elles ou elles ont été traité(e)s par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 17 « fibre » pouvant désigner des fibres élémentaires, mais aussi des groupes de fibres ou des mélanges de fibres de types différents.

19. Produits textiles anti-acariens, caractérisés en ce qu'ils ont été fabriqués ou contiennent des fibres ou fils selon la revendication 16,

- y compris les fibres et fils, les associations de tels fils et / ou fibres, les tissus ou textiles réalisés totalement ou partiellement à partir de ces fibres et fils et / ou de ces associations, les textiles (ou tissus) de type naturel synthétique ou artificiel, auxquels ces fibres et / ou fils auront été intégrés, incorporés par tous moyens, et tous les produits analogues aux « textiles »
- ainsi que les masses de fibres, et analogues, ne se présentant pas sous forme de surface plane, ou au contraire mis sous une forme spéciale, placés dans une housse, enveloppe, ou autre contenant.

20. Applications du procédé et des fibres et fils et produits selon l'une quelconque des revendications 1 à 19 dans tous domaines, domestique, hospitalier et médical, hôtelier, transport aérien, maritime et analogue, tous domaines industriels, spatial, aéronautique et analogues, aussi bien pour les literies, les revêtements textiles, les rideaux, housses, et analogues., notamment :

● Articles de literie :

- tissus d'enveloppes de couettes, oreillers, sommiers et protège-matelas, couil matelas,
- garnissage de couettes, oreillers, matelas et sommiers.

● Articles de décoration et d'ameublement :

- moquettes, tissus de rideaux, tous tissus d'ameublement, garnissage de fauteuils et canapés.

● Jouets :

tissus ou tricots d'enveloppe, garnissage,

5

et notamment un textile tridimensionnel de polyester tel qu'une nappe de garnissage.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 01 20 4486

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.7)
X	FR 2 742 977 A (SOGILO NV) 4 juillet 1997 (1997-07-04) * page 3, ligne 28 - page 4, ligne 9 * * page 5, ligne 10 - ligne 31 *	1-4, 6-15, 18-20	D06M16/00 D06M13/48 D06M15/564 D06M15/263
X,D	EP 0 787 851 A (AVONDALE MILLS INC) 6 août 1997 (1997-08-06) * exemples VII-C et IX-C * * revendications 1-3,5,7 *	1-4, 6-15, 18-20	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			D06M
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 6 mars 2002	Examineur Fiocco, M
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 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			

EPO FORM 1503 03.82 (P4C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 01 20 4486

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

06-03-2002

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2742977	A	04-07-1997	BE 1009900 A5	07-10-1997
			AU 1361897 A	28-07-1997
			WO 9724484 A1	10-07-1997
			CZ 9702697 A3	18-02-1998
			DE 29622338 U1	13-03-1997
			EP 0812372 A1	17-12-1997
			ES 2113328 A1	16-04-1998
			FR 2742977 A3	04-07-1997
			JP 11501246 T	02-02-1999
			NL 1004907 C2	19-01-1999
			NL 1004907 A1	02-07-1997
			NO 973939 A	27-08-1997
			NZ 325161 A	23-12-1998
EP 0787851	A	06-08-1997	US 5631072 A	20-05-1997
			AU 717830 B2	06-04-2000
			AU 7400396 A	07-08-1997
			CA 2190707 A1	03-08-1997
			EP 0787851 A1	06-08-1997
			IL 119665 A	13-08-2000
			JP 9310275 A	02-12-1997
			KR 255921 B1	01-05-2000

EPC FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82