

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 485 033**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 80 13891**

(54) Procédé d'épuration de graisse de laine et graisse de laine épurée par ledit procédé.

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 11 B 11/00.

(22) Date de dépôt ..... 23 juin 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 52 du 24-12-1981.

(71) Déposant : KRASNODARSKY POLITEKHNICHESKY INSTITUT et NEVINNOMYSSKY FILIAL  
TSENTRALNOGO NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKOGO INSTITUTA SHERSTYANOI PRO-  
MYSHLENNOSTI, résidant en URSS.

(72) Invention de : N. S. Arutjunian, E. A. Arisheva, N. V. Rogachev et L. G. Vasilieva.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein,  
20, av. de Friedland, 75008 Paris.

La présente invention concerne la technologie de l'épuration de graisse de laine et a notamment pour objet un procédé d'épuration de graisse de laine, ladite graisse étant notamment extraite par lavage de la laine à l'aide de solvants hydro-carbonés ou isolée à partir des eaux résiduaires résultant du lavage de la laine à l'aide de solutions de substances tensio-actives en vue de l'obtention de lanoline employée en parfumerie et cosmétique et dans l'industrie pharmaceutique.

On connaît un procédé d'épuration de graisse de laine par neutralisation de miscella de graisse dans un solvant hydrocarboné à l'aide d'une solution aqueuse d'alcali en présence d'alcool.

Le miscella, contenant 25% de graisse, est amené dans un mélangeur où l'on introduit une solution à 20% d'alcali. On y ajoute un solvant hydrocarboné et une solution aqueuse contenant de l'alcool. Le mélange se sépare par décantation en deux couches : une couche supérieure constituée de miscella neutralisé, et une couche inférieure constituée d'une solution alcoolique-aqueuse de savon (connu dans la technique sous le nom de " soapstock ". Le miscella neutralisé contenant une quantité notable de savon, est lavé à plusieurs reprises avec une solution aqueuse à l'alcool. La couche de solution alcoolique-aqueuse de savon est lavée à l'aide d'un solvant hydrocarboné pour extraire la graisse (Rogachev N.V., " Lavage de la laine à l'aide de solvants ", CNIITEJlegprom ", Moscou, 1971, p. 29).

Dans ce procédé, est prévu l'emploi de quantités en excès notables d'alcali à des concentrations élevées ce qui favorise la saponification de la graisse et réduit la solubilité du savon dans la solution neutralisante. La composition des phases réactives est déterminée d'après le diagramme d'équilibre des phases pour les solvants purs : hexane, alcool isopropylique et eau. En réalité, le mélange réactionnel comprend

le miscella, l'alcool isopropylique, la solution aqueuse de savon et l'alcali. Dans la pratique, le système est plus complexe et la composition des phases coexistantes, répondant à un rapport déterminé des 5 composants, se distingue sensiblement de la composition trouvée d'après ce diagramme. Le contact intense et prolongé des phases lors du mélange et la dissolution réciproque des composants qui en résulte à une dissolution accrue des savons dans le miscella. De 10 ce fait, le miscella neutralisé contient une forte quantité de savon, et l'obtention de lanoline de qualité exige des lavages répétés du miscella avec une solution aqueuse à l'alcool, tandis que pour réduire les pertes de graisse il est nécessaire de laver à plusieurs 15 reprises le "soapstock" avec un solvant hydro-carboné.

Ainsi, le procédé indiqué est caractérisé par l'utilisation de concentrations élevées d'alcali entraînant une saponification de la graisse neutre et, par conséquent, une réduction du rendement en produit 20 fini; en outre, le choix incorrect du rapport des composants réactifs, l'ordre de succession de leur introduction, ainsi que le contact intense entre les phases conduit à l'entraînement du savon par le miscella neutralisé et à une augmentation de la teneur en lanoline 25 de la solution neutralisante, ce qui nécessite des lavages répétés du miscella afin de réduire sa teneur en savon, ainsi que le traitement de la solution neutralisante pour diminuer les pertes de lanoline, ce qui complique la technologie.

On s'est donc proposé, en modifiant les opérations 30 technologiques et en choisissant des rapports déterminés des composants initiaux, de mettre au point un procédé d'épuration de graisse de laine assurant une augmentation du rendement en produit fini, une amélioration de sa 35 qualité ainsi qu'une simplification du procédé et de l'appareillage nécessaire à sa mise en oeuvre.

La solution réside en ce que, dans le procédé d'épuration de graisse de laine par neutralisation de miscella de graisse dans un solvant hydrocarboné à l'aide d'un alcali en présence d'alcool, selon 5 l'invention, avant ladite neutralisation, le miscella dans le solvant hydrocarboné est mélangé avec de l'alcool dans un rapport de 10:1 à 10:4, tandis que la solution aqueuse d'alcali est mélangée avec de l'alcool dans un rapport eau: alcali : alcool de 10 60-75; 2-5 ; 20-35, ensuite le mélange obtenu de miscella et d'alcool est dispersé dans la solution aquo-alcoolique d'alcali obtenue, après quoi les phrases sont séparées par décantation.

Il est avantageux d'utiliser l'hexane comme 15 solvant hydrocarboné et l'alcool isopropylique comme alcool.

Il est préférable d'utiliser un miscella à teneur en graisse de 10 à 40% en poids.

Le procédé proposé tient compte des propriétés et 20 des particularités du système qui se forme lors de la neutralisation de la graisse de laine et crée des conditions réduisant le pouvoir d'absorption d'eau de la graisse et augmentant la solubilité des savons formés. La neutralisation est réalisée dans les conditions modérées, sans intensification du processus 25 lors de la réalisation du mélange, ce qui permet d'exclure la saponification de la graisse neutre et de diminuer l'émulsification de la graisse et son entrainement dans la solution neutralisante.

L'invention sera mieux comprise et d'autres buts, 30 détail et avantages de celle-ci apparaîtront mieux à la lumière de la description explicative, qui va suivre, d'un mode de réalisation donné uniquement à titre d'exemple non limitatif.

35 Le procédé est mis en oeuvre de la manière suivante.

Le miscella obtenu après lavage de la laine avec un solvant hydrocarboné, par exemple avec de l'hexane, ou par dissolution, dans le solvant hydrocarboné, de

la graisse isolée des eaux de lavage, est mélangé avec un alcool, de préférence l'alcool isopropylique, dans un rapport de 10:1, 10:4, tandis que la solution aqueuse d'alcali est mélangée avec un alcool, de 5 préférence l'alcool isopropylique, dans un rapport eau : alcali : alcool de 60-75 : 2-5 : 20-35. Les rapports indiqués assurent la dissolution réciproque minimale des composants lors du mélange des phases. Il est préférable d'utiliser un miscella contenant 10 de 10 à 40% en poids de graisse.

Le miscella préparé est dispersé dans une solution d'alcali, après quoi les phases sont séparées par décantation.

Les avantages du procédé proposé, comparé au procédé 15 connu, sont les suivants :

- la qualité améliorée de la lanoline obtenue grâce à la réduction de la teneur en savon de celle-ci par suite de l'addition d'alcool dans le miscella et dans 20 la solution neutralisante conformément aux rapports précités, qui assurent une démixtion maximale des phases et réduisant l'entraînement du savon dans le miscella neutralisé;

- l'augmentation du rendement en produit fini grâce à l'emploi de solutions d'alcali à faible concentration;

25 - l'élimination des lavages répétés du miscella et de la solution neutralisante grâce à la diminution de l'entraînement du savon dans le miscella neutralisé et des pertes de lanoline avec la solution neutralisante;

- la simplicité de la technologie utilisée.

Pour mieux fixer les idées, plusieurs exemples concrets 30 main non limitatifs de mise en œuvre du procédé, objet de l'invention, sont décrits ci-après.

#### Exemple 1

Pour la neutralisation on utilise 15 kg de miscella à l'hexane contenant 10% de graisse de laine et 35 10% d'alcool isopropylique.

L'indice d'acide de la graisse initiale est de 12,5 mg de KOH. Comme neutralisant on emploie une solution

alcoolique-aqueuse de soude caustique dans un rapport eau : alcool : alcali de 73,5 : 24 : 2,5.

La neutralisation s'effectue dans une installation de laboratoire consistant en une colonne de verre pourvue d'une jaquette thermostatique. Le processus se déroule à la température de  $50^{\pm} 5^{\circ}\text{C}$ .

Dans la solution d'alcali admise dans la colonne on disperse le miscella préalablement préparé. Pour déterminer les indices qualitatifs du miscella neutralisé, on prélève les échantillons après la décantation.

En qualité d'échantillon de contrôle on utilise un échantillon de miscella à une concentration de 25% de graisse, que l'on neutralise par un procédé connu. Le miscella est mélangé dans un bêcher avec une solution aqueuse à 20% d'alcali, en ajoutant au mélange réactionnel de l'alcool isopropylique dans la proportion de 40% par rapport à la phase aqueuse. Le miscella neutralisé est soumis à un lavage quintuple par une solution aqueuse à 40% d'alcool.

La solution alcalino-savoneuse obtenue après la neutralisation est lavée à l'hexane et le miscella obtenu est ajouté à la masse principale du miscella, après quoi des échantillons sont prélevés pour déterminer les indices qualitatifs du miscella neutralisé.

Les données comparatives concernant les résultats des essais sont résumées dans le tableau 1 donné plus loin. Il ressort de ce tableau que la neutralisation de la graisse de laine par le procédé proposé assure une qualité améliorée de la graisse neutralisée grâce à une réduction de 10 fois de sa teneur en savon par rapport au miscella neutralisé et lavé avec une solution aqueuse à l'alcool d'après le procédé connu.

Le procédé proposé réduit les déchets de graisse lors de la neutralisation et améliore par conséquent ses indices économiques.

#### Exemple 2.

Pour la neutralisation on utilise 15 kg de miscella

à l'hexane contenant 27% de graisse et 20% d'alcool isopropylique. L'indice d'acide de la graisse initiale est de 14,1 mg de KOH.

5 Comme neutralisant on emploie une solution alcoolique-aqueuse de soude caustique dans un rapport eau : alcool : alcali de 62 : 35 : 3.

On effectue la neutralisation dans une installation de laboratoire analogue à celle décrite dans l'exemple

10 1. Le processus se déroule à une température de  $50 \pm 5^\circ\text{C}$  comme dans l'exemple 1.

Comme échantillon de contrôle on utilise un échantillon analogue à celui décrit dans l'exemple 1. Les données de l'essai sont résumées dans le tableau 1.

### Exemple 3

15 Pour la neutralisation on utilise 15 kg de miscella à l'hexane, contenant 27% de graisse et 10% d'alcool isopropylique. L'indice d'acide de la graisse initiale est égal à 14,1 mg de KOH. Comme neutralisant on utilise une solution alcoolique-aqueuse de soude caustique dans un rapport eau : alcool : alcali de 73,5 : 24 : 2,5.

20 Le processus se déroule d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 1.

25 L'échantillon de contrôle est analogue à celui décrit dans l'exemple 1. Les données de l'essai sont résumées dans le tableau 1.

Tableau 1.

Indices	Procédé connu	Procédé proposé		
		exemple 1	exemple 2	exemple 3
30 1. Indice d'acide de la graisse neutralisée, mg de KOH		0,36	0,32	0,34
2. Teneur en savon de la graisse neutralisée, %	0,62	0,03	0,08	0,05
3. Teneur en cendre, %	0,06	0,03	0,04	0,03

4.	Rendement en graisse neutralisée , %	90,0	94,0	93,0	92,5
5.	Economie de graisse neutre, %	-	4,0	3,0	2,5

---

Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée au mode de réalisation décrit qui n'a été donné qu'à titre d'exemple. En particulier, elle comprend tous les moyens constituant des équivalents techniques des moyens décrits, ainsi que leurs combinaisons si celle-ci sont exécutées suivant son esprit et mises en œuvre dans le cadre de la protection comme revendiquée.

## R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé d'épuration de graisse de laine par neutralisation de miscella de graisse dans un solvant hydrocarboné au moyen d'alcali et en présence d'alcool, caractérisé en ce que, avant la neutralisation, le  
5 miscella dans le solvant hydrocarboné est mélangé avec de l'alcool dans un rapport de 10:1, à 10:4 tandis que la solution aqueuse d'alcali est mélangée avec de l'alcool dans un rapport eau : alcali: alcool, de 60-75, 2-5: 20-35, ensuite le mélange obtenu de miscella et d'alcool est dispersé dans la solution alcoolique-aqueuse d'alcali obtenue, après quoi les phases sont séparées par décantation.

10 2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise un miscella à une concentration de 10 à 40% en poids de graisse.

15 3. Graisse de laine, caractérisé en ce qu'elle est épurée conformément au procédé faisant l'objet de l'une des revendications 1 et 2.