



⑫ FASCICULE DE LA DEMANDE A3

⑪ 616 038 G

⑳ Numéro de la demande: 9095/77

㉔ Date de dépôt: 21.07.1977

㉓ Priorité(s): 26.07.1976 FR 76 23289

㉔ Demande publiée le: 14.03.1980

㉔ Fascicule de la demande
publié le: 14.03.1980㉔ Requêteur(s):
Manufacture de Produits Chimiques PROTEX,
Paris 7e (FR)㉔ Inventeur(s):
Jean Bolland, Chateaufrenault/Indre-et-Loire (FR)㉔ Mandataire:
Kirker & Cie, Genève

㉔ Rapport de recherche au verso

㉔ Procédé de blanchiment au chlorite de soude.

㉔ On ajoute au bain de blanchiment un dérivé bisulfite d'un aldéhyde ou d'une cétone, qui règle la décomposition du chlorite en milieu acide et permet d'opérer à température ambiante.

Le procédé s'applique notamment au blanchiment des textiles par la méthode imprégnation/stockage à froid.



RAPPORT DE RECHERCHE RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:
Patentgesuch Nr.:

CH 9095/77

I.I.B. Nr.:

HO 13 052

Documents considérés comme pertinents Einschlägige Dokumente		
Catégorie Kategorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes. Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile	Revendications con- cernées Betrifft Anspruch Nr.
X	<u>GB - A - 1 137 474 (DEGUSSA)</u> * revendications; page 1, ligne 85 à page 2, ligne 2 * -----	1
Domaines techniques recherchés Recherchierte Sachgebiete (INT. CL.²) D 06 L 3/08 D 06 L 3/10		
Catégorie des documents cités Kategorie der genannten Dokumente: X: particulièrement pertinent von besonderer Bedeutung A: arrière-plan technologique technologischer Hintergrund O: divulgation non-écrite nichtschriftliche Offenbarung P: document intercalaire Zwischenliteratur T: théorie ou principe à la base de l'invention der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: demande faisant interférence kollidierende Anmeldung L: document cité pour d'autres raisons aus andern Gründen angeführtes Dokument &: membre de la même famille, document correspondant Mitglied der gleichen Patentfamilie; übereinstimmendes Dokument		

Etendue de la recherche/Umfang der Recherche

Revendications ayant fait l'objet de recherches **ensemble**
Recherchierte Patentansprüche:

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches
Nicht recherchierte Patentansprüche:

Raison:
Grund:

Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche

Examineur I.I.B./I.I.B. Prüfer

30. Januar 1979

REVENDECATIONS

1. Procédé de blanchiment au chlorite de soude, caractérisé en ce qu'on ajoute au bain de blanchiment un dérivé bisulfite d'un composé organique possédant dans sa molécule une ou plusieurs fonctions aldéhydiques ou cétoniques

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise un dérivé bisulfite d'un composé aliphatique possédant dans sa molécule une fonction aldéhydique, en particulier le formaldéhyde ou l'acétaldéhyde.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise un dérivé bisulfite d'un composé organique aliphatique possédant dans sa molécule une fonction cétonique, en particulier la diméthylcétone.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la quantité de dérivé bisulfite est comprise entre 1 et 30 g/l et de préférence entre 3 et 10 g/l.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le dérivé bisulfite est employé en présence de sulfite neutre de sodium.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la quantité de sulfite neutre de sodium est d'au plus 20 g/l et se situe de préférence entre 2,5 et 10 g/l.

7. Application du procédé selon la revendication 1 au blanchiment des textiles selon la méthode imprégnation/stockage à froid, le pH du milieu réactionnel étant inférieur à 5,5.

La présente invention concerne un procédé de blanchiment au chlorite de soude et son application au blanchiment des matières textiles selon le procédé imprégnation/stockage à froid.

On sait que l'utilisation du chlorite de sodium comme agent de blanchiment des fibres textiles ou autres matières organiques repose sur l'action oxydante de différents composés chlorés et, le cas échéant, d'oxygène naissant se formant lors de la décomposition du chlorite.

Cette décomposition peut, bien entendu, être réalisée à froid, soit en milieu acide par acidification directe de la solution, soit en milieu alcalin par introduction, dans cette dernière, de composés réducteurs tels que le formaldéhyde, comme décrit dans le brevet GB N° 1137474. Cette décomposition se produit alors pratiquement instantanément dès l'introduction des activateurs (acides ou aldéhydes) dans la solution de chlorite. Les bains jaunissent rapidement, et on constate un fort dégagement de dérivés chlorés. L'action oxydante des bains de chlorite activés à froid dans ces conditions est beaucoup trop brutale pour que ce processus réactionnel soit applicable au blanchiment des fibres textiles qui exige, pour que soit garantie l'obtention de résultats uniformes et reproductibles, de pouvoir être contrôlé et maîtrisé dans le temps.

Il est, de plus, indispensable que les bains présentent une certaine stabilité à partir du moment de leur préparation pour satisfaire aux impératifs de planification des lignes de production dans les ateliers; enfin, pour des raisons évidentes d'hygiène et de sécurité, il est impossible de laisser le bioxyde de chlore, dont on connaît la toxicité, se dégager librement dans l'atmosphère.

Les procédés les plus courants de blanchiment des matières textiles à l'aide de chlorite de soude sont donc habituellement réalisés à chaud, en présence de composés activant la décomposition du chlorite. L'action conjointe de la température, généralement située entre 70 et 90°C, et des produits d'activation permet d'arriver à une décomposition progressive et contrôlée du chlorite, garantissant un blanchiment uniforme.

Cette décomposition s'accompagne toutefois souvent de dégagements de composés chlorés, et plus spécialement de bioxyde de chlore; outre leur toxicité propre, ces composés exercent une

action corrosive sur les matériaux couramment utilisés dans la construction des machines textiles. Il est donc nécessaire de prévoir un matériel — cuves ou chambres de vaporisation — spécialement adapté à ce procédé.

La présente invention s'est donnée pour but de remédier aux inconvénients mentionnés ci-dessus. Selon l'invention, on ajoute au bain de blanchiment au chlorite de soude un dérivé bisulfite d'un composé organique possédant dans sa molécule une ou plusieurs fonctions aldéhydiques ou cétoniques.

On a en effet constaté que l'addition de ces combinaisons bisulfitiques permet d'obtenir à froid une décomposition progressive et contrôlée dans le temps des bains de chlorite de sodium.

A titre indicatif, la liste ci-dessous mentionne certains composés réducteurs organiques spécialement susceptibles de former des combinaisons bisulfitiques avec le bisulfite de sodium:

- monoaldéhydes de la série aliphatique: formaldéhyde, acétaldéhyde, aldéhyde glycolique,
- dialdéhydes de la série aliphatique: glyoxal,
- monocétones de la série aliphatique: acétone,
- dicétones de la série aliphatique: acétylcétone,
- aldéhydes de la série aromatique: benzaldéhyde, aldéhyde cinnamique.

Les dérivés bisulfitiques seront, de préférence, obtenus à partir de combinaisons de bisulfites alcalins et de monoaldéhydes de la série aliphatique et, plus spécialement, de formaldéhyde ou d'acétaldéhyde.

Les quantités de dérivés bisulfitiques ajoutées au bain de chlorite peuvent varier entre 1 et 30 g/l et se situent de préférence entre 3 et 10 g/l.

Les combinaisons bisulfitiques des composés réducteurs organiques mentionnés ci-dessus sont avantageusement employées en présence d'une certaine quantité de sulfite alcalin, entre 0 et 20 g/l et de préférence entre 2,5 et 10 g/l.

La quantité relative de sulfite ajoutée aux bains de blanchiment au chlorite simultanément aux combinaisons bisulfitiques de composés réducteurs permet de régler à volonté, dans le temps, le début de décomposition du chlorite.

Le tableau ci-dessous résume l'influence, sur la stabilité d'une solution à 20 g/l de chlorite à 80%, de l'addition de quantités variables de sulfite neutre de sodium à une quantité constante (5 g/l) de la combinaison bisulfite obtenue par réaction du formaldéhyde avec le bisulfite de sodium et ajoutée au bain de chlorite.

	Stabilité (mn)
5 g/l du composé bisulfite =	15
5 g/l du composé bisulfite +	
2,5 g/l de sulfite neutre de sodium =	40-45
5 g/l de composé bisulfite +	
5 g/l de sulfite neutre de sodium =	80-90

Une fois la décomposition amorcée, le déclenchement du processus réactionnel se manifeste, d'une part, au niveau du bain, par une acidification progressive de ce dernier, le pH se stabilisant aux environs de 4,5 et entraînant le jaunissement des préparations, d'autre part sur matière fibreuse, par une action blanchissante très importante, permettant, par exemple sur coton, d'éliminer parfaitement les coques de la fibre après un traitement de quelques heures réalisé à froid.

Un tel processus réactionnel peut donc être facilement transposé dans la pratique habituelle du blanchiment des matériaux fibreux. Notamment son déroulement se révèle particulièrement bien approprié pour permettre, à l'aide de chlorite de soude, le développement du procédé d'application généralement désigné sous l'appellation de procédé par imprégnation/stockage à froid, et qui comporte, dans le cas des tissus et tricotés, les étapes suivantes:

- a) imprégnation de la matière dans un bain de chlorite de soude additionné des composés présentement revendiqués;

b) expression de l'excès de liqueur par passage entre les rouleaux d'un foulard de façon à retenir environ 100% de bain par rapport au poids de la fibre;

c) enroulage de la matière imprégnée sur un mandrin en bois ou sur un mandrin métallique recouvert d'une gaine protectrice;

d) ouverture après enroulage de la matière imprégnée par une enveloppe de plastique;

e) dépôt du rouleau, généralement placé en rotation lente, pendant un temps déterminé en fonction de la matière et des diverses conditions, mais se situant généralement entre 6 et 16 h à une température de l'ordre de 20° C;

f) ouverture de l'enveloppe plastique, lavage à l'eau chaude puis froide du rouleau, éventuellement accompagné d'un traitement de déchloration.

Dans le cas de matières textiles en bourre ou en fil, le traitement sera effectué de façon similaire, c'est-à-dire imprégnation, essorage ou succion, puis stockage dans des sacs plastiques à température ambiante pendant la durée nécessaire à la bonne marche du procédé.

Dans les conditions du procédé imprégnation/stockage à froid, les inconvénients liés à la décomposition du chlorite sont réduits au minimum: la protection de la matière textile par une enveloppe plastique évite toute pollution de l'atmosphère de l'atelier par le dégagement d'oxyde de chlore et il ne se produit pas de phénomène de corrosion du matériel puisque celui-ci, au moment de la décomposition du chlorite, ne comporte, notamment dans le cas des tissus et tricots, qu'un mandrin en bois ou un mandrin métallique qu'une gaine protectrice protège contre toute attaque éventuelle du bain.

Le bain de blanchiment pourra être préparé à l'avance dans les limites de la durée de stabilité précédant la décomposition du chlorite à froid. Il sera pourtant plus avantageux, et plus sûr, étant donné les charges souvent fluctuantes des ateliers textiles, de n'ajouter la combinaison bisulfite et le sulfite neutre de sodium au bain de chlorite qu'au moment de son utilisation, ou de façon continue au cours de l'imprégnation.

La possibilité d'effectuer ce traitement de blanchiment au chlorite à froid est spécialement intéressante et constitue une caractéristique importante de l'invention. On a toutefois observé que l'augmentation de la température de stockage permettait — comme on pouvait le prévoir — d'augmenter la vitesse de réaction du processus de décomposition, donc du processus de blanchiment; il est ainsi possible de diminuer la durée de stockage. Il devient par contre nécessaire de réaliser une isolation plus importante de la matière imprégnée et chauffée, ce qui peut nécessiter l'utilisation de chambres de dépôts construites en matériaux non corrodables.

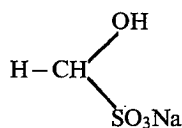
Les exemples donnés ci-après, à titre indicatif et non limitatif, permettront de mieux définir les possibilités de réalisation de l'invention.

Exemple 1:

On imprègne un tissu de coton écru, encollé à l'amidon, d'un poids de 220 g/m² dans un bain ayant la composition suivante:

20 g/l de chlorite de sodium (produit commercial à 80% de ClO₂Na)

6 g/l d'un composé provenant de la combinaison de l'aldéhyde formique et du bisulfite de sodium et ayant la formule suivante:



3 g/l de sulfite neutre de sodium

0,5 g/l de carbonate de sodium

2 g/l du sel de soude de l'acide dioctylsulfosuccinique (agent tensio-actif).

Ce bain reste stable pendant 3 1/2 h à température ambiante.

L'imprégnation se fait sur foulard avec expression à 100%.

Le tissu est ensuite enroulé sur un mandrin métallique préalablement recouvert d'une gaine protectrice, puis enveloppé dans une feuille de plastique et placé sous rotation lente pendant 15 h à température ambiante.

Après lavage et séchage, le tissu est complètement débarrassé des coques naturelles à la fibre, et présente les caractéristiques suivantes, comparativement à celles du tissu écru:

Degré de blanc (mesuré sur appareil Elrepho):

écru 54

blanchi 75

Taux d'encollage:

écru 9%

blanchi 4%

Hydrophilité (déterminée par mesure de l'ascension capillaire):

écru 0 cm

blanchi 11 cm

Exemple 2:

Les conditions de traitement sont identiques à celles de l'exemple 1, mais la quantité de sulfite neutre de sodium est portée à 6 g/l.

Ce bain reste stable pendant 5 h à température ambiante.

Le tissu blanchi a un degré de blanc de 72, c'est-à-dire légèrement inférieur à celui blanchi dans les conditions de l'exemple 1.

Exemple 3:

Les conditions de traitement sont identiques à celles de l'exemple 1, mais le tissu de coton a été soumis, au préalable, à un traitement de désencollage enzymatique. Après blanchiment, le tissu présente les caractéristiques suivantes comparativement à celles du tissu simplement désencollé:

Degré de blanc: désencollé 56

blanchi 82

Hydrophilité: désencollé 0 cm

blanchi 17 cm

Un désencollage préalable permet donc d'accroître l'efficacité du blanchiment à froid et permet d'obtenir des niveaux de blanc sensiblement plus élevés.

Des essais parallèles ont permis de constater que des quantités de chlorite de sodium de l'ordre de 7 à 10 g/l de bain permettaient d'obtenir, dans les mêmes conditions de traitement, d'excellents niveaux de blanc sur tissus désencollés ou exempts d'encollage.

Exemple 4:

On imprègne une popeline de coton de 140 g/m², préalablement désencollée et débouillie, avec un bain ayant la composition suivante:

10 g/l chlorite de sodium à 80%

4 g/l composé bisulfite de l'exemple 1

2 g/l sulfite neutre de sodium

0,5 g/l carbonate de sodium.

Ce bain reste stable 4 h à température ambiante. Après imprégnation à température ambiante, expression à 100% et enroulage, on stocke le rouleau de tissu recouvert d'une feuille de plastique sous rotation lente pendant 8 h à température ambiante.

Après lavage et séchage, le tissu est complètement débarrassé des coques naturelles à la fibre et présente les caractéristiques suivantes, comparativement à celles du tissu désencollé et débouilli:

Degré de blanc: avant blanchiment 59

après blanchiment 84

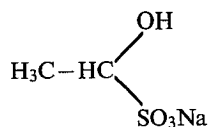
Hydrophilité: avant blanchiment 14 cm

après blanchiment 23 cm

Une application identique sur des tissus comportant des mélanges de coton et de polyamide ou de polyester permet également d'obtenir, à froid, d'excellents résultats.

Exemple 5:

Les conditions de traitement sont semblables à celles de l'exemple 4, mais la combinaison bisulfite employée provient de la réaction de l'acétaldéhyde avec le bisulfite de sodium et présente la formule suivante:



La bain reste stable 3 ½ h à température ambiante.

Après traitement, les résultats aux points de vue degré de blanc et hydrophilité sont pratiquement identiques à ceux de l'exemple 4.

Exemple 6:

On imprègne à 18°C de la bourre de coton écri dans un bain ayant la composition suivante:

- 15 g/l de chlorite de sodium à 80%
- 7 g/l de la combinaison bisulfite de l'exemple 1
- 3 g/l de sulfite neutre de sodium
- 1 g/l de carbonate de sodium
- 2 g/l d'un agent tensio-actif.

Après imprégnation, on essore la matière de façon à retenir 90% du bain d'imprégnation par rapport à la fibre.

La matière imprégnée est ensuite stockée pendant 8 h dans des sacs en plastique à la température de 25°C.

- 5 Après traitement, on obtient une bourre totalement débarrassée des coques naturelles et présentant un bon degré de blancheur.

Exemple 7:

- 10 On imprègne un croisé coton, d'un poids de 180 g/m², écri mais non encollé, dans un bain ayant la composition suivante:

- 15 g/l de chlorite de sodium à 70%
- 7 g/l de la combinaison bisulfite de l'exemple 1
- 7 g/l de sulfite de sodium
- 15 1 g/l de carbonate de sodium
- 2 g/l d'un agent tensio-actif.

Le bain reste stable 5 h à température ambiante.

- 20 Après imprégnation et expression à 100%, on enveloppe le rouleau sous une gaine de plastique, puis on le place dans un caisson non corrodable pendant 4 h à la température de 50°C.

Après traitement, on obtient un tissu parfaitement débarrassé de coques de la fibre et présentant les caractéristiques suivantes, comparativement à celles du tissu écri :

- 25
- | | | |
|-----------------|---------|--------|
| Degré de blanc: | écri | 56 |
| | blanchi | 82 |
| Hydrophilité: | écri | 0 cm |
| | blanchi | 17 cm. |