

N° 674.420



Classification Internationale:

Brevet mis en lecture le :

28 - 6 - 1966

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET DE PERFECTIONNEMENT

Le Ministre des Affaires Economiques

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention :

Et la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle

Vu le procès-verbal dressé le 28 décembre 1965 à 15 h 45

au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite: FARBERWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT vormalis Meister Lucius & Brüning, 6250 Frankfurt (M)-Hoechst (Allemagne), repr. par MM. J. Gevers & Cie à Bruxelles,

un brevet de perfectionnement pour : Nettoyage chimique de matières fibreuses,

breveté en sa faveur le 13 mars 1964 sous le n° 645.194; perfectionnement qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une demande de brevet d'addition déposée en Allemagne (République Fédérale) le 28 décembre 1964.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 28 juin 1966

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur Général,

J. HAMELS.

BAD ORIGINAL

67400

Cas : Fw 4068a

M E M O I R E D E S C R I P T I F

déposé à l'appui d'une demande
d'un

BREVET DE PERFECTIONNEMENT
AU BREVET D'INVENTION

N° 645.194 demandé le 13 mars 1964.

-o-o-o-

Formé par

Société dite : FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
VORMALS MEISTER LUCIUS & BRUNING.

ayant son siège social : FRANKFURT(M)-HOECHST, République
Fédérale Allemande.

Pour : Nettoyage chimique de matières fibreuses.

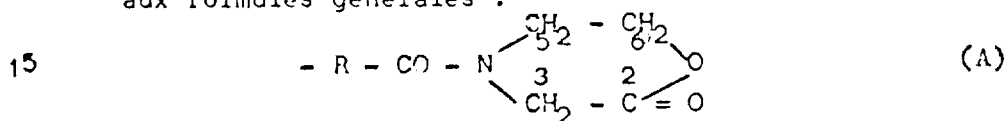
-o-o-o-

Convention Internationale de 1883 eu égard à la demande
de brevet d'addition déposée en REPUBLIQUE FEDERALE ALLEMANDE
le 28 DECEMBRE 1964. sous le No. F 44.818 IVa/23 e.

-o-o-o-o-

5 Il est connu d'utiliser, dans le nettoyage chi-
mique, des composés surfactifs comme renforçateurs de
nettoyage. Ces composés doivent renforcer sur les ma-
tières les plus variées l'action des additions d'eau,
éviter le plus possible que la matière ne devienne grise
et rendre ses propriétés primitives à la matière à
nettoyer dont le toucher et l'aspect ont été altérés
par le traitement dans le solvant organique et en par-
ticulier dans les hydrocarbures chlorés. De plus, ils
10 ne doivent pas diminuer l'effet d'un hydrofugeage
ultérieur.

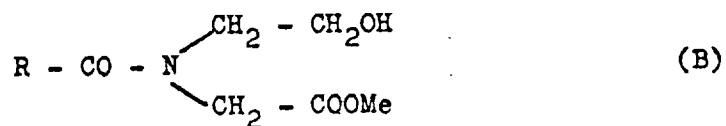
L'objet du brevet principal N° 1.386.783 du
13 mars 1964 est l'utilisation de composés répondant
aux formules générales :



e

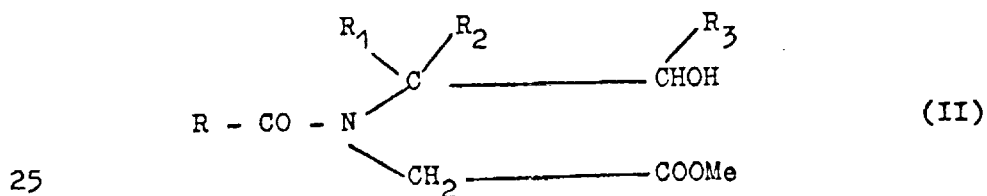
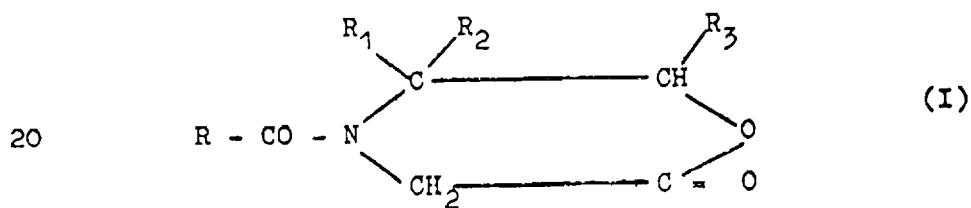
67430

- 2 -



dans lesquelles R représente un reste alkyle,
 5 alkylaryle ou aryle ayant de 8 à 20 atomes de
 carbone et Me est un équivalent d'un métal alcalin
 ou alcalino-terreux, d'aluminium ou d'une alcanol-
 amine à bas poids moléculaire, de préférence la
 10 mono-éthanolamine, la diéthanolamine ou la tri-
 éthanolamine, comme renforçateurs de nettoyage,
 avec les solvants utilisés pour le nettoyage à sec.

En perfectionnant la méthode
 décrite dans le brevet principal, la Demanderesse
 a trouvé que l'on peut utiliser, comme renforça-
 15 teurs de nettoyage ajoutés aux solvants utilisés
 pour le nettoyage à sec, les composés répondant
 aux formules générales



dans lesquelles

- R désigne un reste alkyle, alkylaryle ou aryle ayant de 8 à 20 atomes de carbone,
- 5 R₁, R₂ et R₃ désignent chacun l'hydrogène ou un reste méthyle ou éthyle, ces restes n'étant pas tous un atome d'hydrogène,
- Me désigne un équivalent d'un métal alcalin ou alcalino-terreux, d'aluminium ou d'une alcanolamine à bas poids
- 10 moléculaire, de préférence la monoéthanolamine, la diéthanolamine ou la triéthanolamine.

- Comme N-acyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazines à utiliser/selon/le présent procédé on mentionnera
- 15 les composés substitués en position 5 par un ou deux restes méthyles ou éthyles et/ou en position 6 par un reste méthyle ou éthyle, par exemple la N-oenanthyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-capryl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-nonanoyl-dihydro-
- 20 2-oxo-1.4-oxazine, la N-décanoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-dodécanoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-tétradécanoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-palmitoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-stéaroyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-oléyl-dihydro-
- 25 2-oxo-1.4-oxazine, la N-benzoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-naphtoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-tributylbenzoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, la N-dodécyl-benzoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine, ou la N-butylnaphtoyl-dihydro-2-oxo-1.4-oxazine.
- 30 On apprécie particulièrement les composés de ce

genre qui portent en position 5 un ou deux groupes
méthyles (R_3 étant l'hydrogène). De plus, on citera
les composés qui portent, en position 6, un
groupe méthyle et ceux dans lesquels R_1 et R_3 re-
5 présentent un reste méthyle, tandis que R_2 est
l'hydrogène. Les N-acyl-morpholones utilisées selon
le procédé, objet du brevet principal, répondent
d'une manière satisfaisante aux exigences éta-
blies pour les renforçateurs. Il était inattendu
10 que les composés répondant aux formules générales
I et II puissent réduire considérablement l'al-
tération de couleur, améliorer le toucher et
l'aspect de la matière à nettoyer, ainsi que la
filtrabilité du bain de nettoyage.

15 Les composés utilisés selon la
présente invention peuvent être préparés en con-
densant le produit réactionnel de monoalcanolamines
ayant de 3 à 8 et, de préférence, de 3 à 4 atomes
de carbone, dans lesquels le groupe amino et le
20 groupe hydroxyle se trouvent sur des atomes de
carbone voisins, et de l'acide chloracétique,
avec des halogénures d'acides à haut poids molé-
culaire contenant de 8 à 20 atomes de carbone, de
préférence des chlorures d'acides, en acidifiant
25 le mélange réactionnel et en le chauffant, de
préférence sous pression réduite, en isolant le
produit réactionnel de manière connue et en le
convertissant, le cas échéant, par saponification
alcaline, en le sel d'acide γ -hydroxy-carboxylique
30 correspondant.

67430

- 5^e -

Les produits utilisés selon le procédé de la présente invention sont ajoutés aux bains de nettoyage en quantités comprises entre environ 0,5 g et environ 50 g par litre. En général, il suffit d'utiliser d'environ 3 à environ 10 g par litre. On obtient des résultats particulièrement favorables en utilisant des mélanges des deux types de composés I et II. Si le renforçateur de nettoyage doit agir comme tampon, il est nécessaire qu'il y ait une certaine proportion de composés répondant à la formule II. La quantité de sels ajoutée est ordinairement d'environ 15 à 40 % ; normalement, il suffit d'environ 20 à 30 %. L'effet tampon du mélange a pour avantage que l'effet de nettoyage est augmenté et que la matière a moins tendance à devenir grise que lorsqu'on utilise isolément les composantes.

Comme solvants usuels pour le nettoyage chimique on mentionnera des hydrocarbures aliphatiques comme, par exemple, l'essence ou des hydrocarbures chlorés ou à la fois chlorés et fluorés, de bas poids moléculaire, comme, par exemple, le tétrachlorure de carbone, le chlorure de méthylène, le trichloréthylène, le perchloréthylène, l'éthyl-chloroforme, etc...

Les composés du procédé de l'invention peuvent aussi être utilisés conjointement à des produits couramment appliqués dans le nettoyage chimique. On mentionnera, par exemple, des alkyl-sulfonates ou des alkyl-aryl-

57420

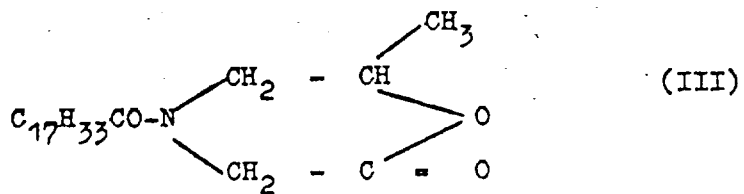
- 6 -

sulfonates, des produits d'oxéthylation d'alcools
et d'acides gras, des sulfates d'alcools gras,
des sulfonates de pétrole. Etant donné que l'em-
ploi des composés répondant aux formules générales
5 I et II ne perturbe pas l'éventuel hydrofugeage
ultérieur, il peut être utile, si l'on y attache
de l'importance, d'utiliser conjointement des
composés qui, de leur côté, ne diminuent pas l'ef-
fet d'hydrofugeage. On mentionnera, en particulier,
10 des composés aptes à former des ponts d'hydro-
gène, comme par exemple des alcools de bas poids
moléculaire, tels que l'alcool méthylique, l'al-
cool éthylique et l'alcool propylique, des alcools
gras, tels que l'alcool octylique et l'alcool dodé-
15 cyclique, des éthanolamides d'acides gras, etc...

Dans le procédé objet de l'in-
vention on peut utiliser aussi des agents habituel-
lement appliqués, simultanément ou plus tard,
comme des désinfectants ou des produits pour apprêts.
20 L'exemple qui suit illustre l'invention sans aucu-
nement en limiter la portée.

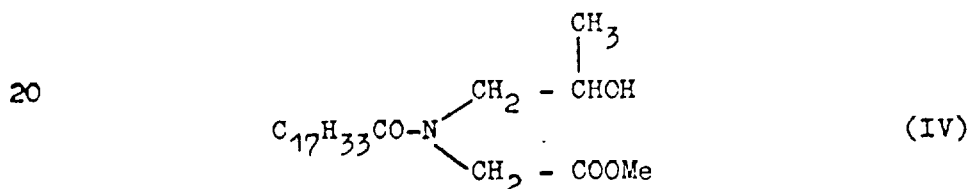
EXEMPLE :

On nettoie 25 kg de vêtements
salis, en laine, coton, cellulose régénérée, cuir,
25 fibres de polyamides, de polyesters, de polyacry-
lonitrile et d'acétate, dans 200 litres de tétra-
chloréthylène avec filtration continue du bain.
Au bain de nettoyage on ajoute 600 g du composé
répondant à la formule



5 et on ajuste l'humidité du bain de manière telle que la matière à nettoyer ait une teneur en eau correspondant à une humidité relative de 65-85 %. La filtrabilité du bain de nettoyage est maintenue même quand le bain est extrêmement sale.

10 L'effet de nettoyage, en particulier l'inhibition de la tendance des fibres à devenir grises, est très bon. Il en va de même pour le toucher et l'aspect de la matière à nettoyer. Un hydrofugeage ultérieur des vêtements sans rinçage intermédiaire donne un effet excellent. Celui-ci peut encore être augmenté si l'on utilise également, pour le nettoyage, environ 20 à 15 30 % du composé



(Me = Na, K, Mg/2)

25 obtenu à partir de la lactone III par saponification avec une solution d'hydroxyde de sodium ou de potassium ou avec de l'oxyde de magnésium.

30 Si l'on doit effectuer le nettoyage en utilisant, comme solvant, du perchloréthylène distillé plusieurs fois, il est

recommandé d'ajouter à ce dernier 5 g/litre d'un mélange constitué de 70 parties du composé III et de 30 parties du composé IV, sous forme du sel potassique.

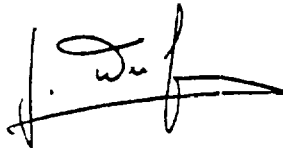
5 Etant donné que le perchlor-
éthylène distillé plusieurs fois venant du réservoir de solvant pur d'une machine à nettoyage, a un pH d'environ 1 à 2, le bain contenant l'additif selon l'invention a une réaction neutre. Le
10 traitement ultérieur au bain révèle que, par diminution de la quantité du composé IV en faveur de la quantité du composé III, l'acide a été tamponné. Lors du traitement ultérieur on constate
15 le mélange contient 90 parties du composé III et seulement 10 parties du composé IV sous forme du sel potassique.

07420

-10-

nettoyage dans des solvants utilisés
pour le nettoyage chimique.

Bruxelles, le 28 décembre 1965
En nom de la société dite :
FABRICATIONS RECHST
AKELER & CO. S.A.
voies de la ... & Brüning
En nom de J. G. ...



BAD ORIGINAL