

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

N° 80 22031

⑤4 Procédé en vue de recueillir la lanoline.

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

⑫2 Date de dépôt..... 15 octobre 1980.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : *Japon, 15 octobre 1979, n° 133347/79.*

④1 Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 16 du 17-4-1981.

⑦1 Déposant : NEW JAPAN CHEMICAL CO., LTD, résidant au Japon.

⑦2 Invention de : Yuji Kawashima, Hideomi Shinomiya et Michitaka Ashida.

⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1

⑦4 Mandataire : Cabinet Regimbeau, Corre, Martin et Schimpf,
26, av. Kléber, 75116 Paris.

La présente invention a trait à un procédé en vue de recueillir la lanoline ("graisse de laine") à partir d'une liqueur de nettoyage obtenue en nettoyant la laine de mouton brute avec un solvant chloré. Le présent procédé permet d'obtenir une lanoline de meilleure qualité avec des rendements supérieurs grâce à une procédure plus simple que les processus classiques.

La lanoline est largement utilisée pour préparer des produits pharmaceutiques, des cosmétiques, des fibres, des cuirs, des lubrifiants, des huiles antirouille pour des métaux, etc., et possède des applications industrielles très répandues.

La pratique courante actuelle est de récupérer la lanoline d'une solution aqueuse contenant un savon ou un autre agent tensio-actif et utilisée pour nettoyer la laine de mouton brute, en séparant directement la lanoline de la solution usée ou en extrayant la lanoline avec un solvant organique. Cependant, le procédé qui utilise une telle solution aqueuse de nettoyage procure une lanoline de qualité médiocre pour un rendement faible et est inefficace à cause de la procédure complexe exigée et implique un autre problème grave de traitement de grandes quantités de la solution usée résultante contenant de la lanoline non récupérée et différentes impuretés.

Par ailleurs, des procédés de nettoyage de la laine brute avec des solvants organiques ont été mis au point pour éviter l'utilisation d'eau ou pour minimiser la quantité d'eau utilisée et pour ainsi surmonter les inconvénients précités. Par exemple, il est courant de nettoyer la laine brute avec un mélange d'isopropanol, d'eau et d'hexane et de séparer la liqueur résultante en couches en vue de la récupération de la lanoline. Bien que ce procédé ne provoque

-2-

pas un feutrage ni une décoloration de la laine et possède divers autres avantages, il doit cependant encore être perfectionné pour la récupération de lanoline car il est d'un rendement faible (80 à 85 %) et d'un coût élevé en équipement et exige l'utilisation d'eau.

Des processus sont actuellement étudiés pour nettoyer la laine brute avec des solvants chlorés qui ne contiennent pas d'eau.

La demande publiée de brevet japonais 10238/1960 décrit un procédé en vue de la récupération de lanoline à partir d'un solvant chloré usé utilisé pour le nettoyage. Selon ce procédé, 1 à 10 % d'un alcool soluble dans l'eau et 1 à 10 % d'eau sont mélangés à la liqueur de nettoyage pour séparer le mélange en une couche de solvant contenant la lanoline et une couche d'impuretés en vue de la récupération de lanoline. La séparation exige cependant un temps considérable et se heurte à des difficultés du fait que l'eau forme une émulsion qui masque l'interface entre les deux couches et se traduit par un taux faible de récupération de lanoline (non supérieur à 80 %). De plus, l'avantage selon lequel, la laine brute peut être nettoyée sans utiliser de l'eau est annulé par l'opération de récupération de lanoline qui utilise de l'eau et nécessite une opération de traitement d'eau usée. Le procédé rencontre ainsi encore en pratique de nombreux problèmes.

La présente invention a pour but de proposer un procédé en vue de recueillir la lanoline, exempt des inconvénients jusqu'ici rencontrés.

Un autre but de la présente invention est de proposer un procédé en vue de recueillir une lanoline de haute qualité à un taux de récupération amélioré.

-3-

Un autre but de l'invention est de proposer un procédé en vue de recueillir la lanoline par une procédure simple.

5 Un autre but de l'invention est de proposer un procédé en vue de recueillir la lanoline sans exiger un traitement d'eau usée.

Ces buts, ainsi que d'autres, ressortiront de la description qui va suivre.

10 La présente invention propose un procédé en vue de recueillir la lanoline comportant le mélange d'un alcool inférieur soluble dans l'eau à une liqueur de nettoyage obtenue en nettoyant la laine brute avec un solvant chloré et contenant de la lanoline, la
15 séparation d'une couche de solvant contenant la lanoline d'une couche contenant de la crasse, du suint et d'autres impuretés solides, et la distillation des solvants de la couche de solvant .

Grâce au procédé de l'invention qui n'utilise pas d'eau, la couche contenant la lanoline peut
20 être séparée de la couche contenant des matières solides en un temps court. L'interface entre les deux couches, qui est net, facilite la séparation d'une couche à l'autre pour permettre la récupération d'une lanoline de haute qualité à un taux de récupération
25 grandement amélioré (au moins 90 %), grâce à une procédure simple et en utilisant un dispositif compact. En particulier, du fait que le présent procédé peut être mis en oeuvre sans utiliser d'eau hors du nettoyage de la laine brute pour la collecte de la lanoline et
30 par conséquent sans exiger un traitement d'eau usée, le procédé est supérieur à l'un quelconque des procédés classiques.

D'autres caractéristiques du présent procédé sont les suivants. Bien que la séparation par

portions soit utilisable pour la mise en oeuvre du procédé, les deux couches peuvent être séparées très rapidement par une opération de centrifugation continue. La lanoline peut être extraite à température ambiante sans exiger d'énergie de chauffage ou de refroidissement. Différentes opérations comprenant le nettoyage de la laine brute, la collecte de la lanoline, la récupération de matières solides pour une réutilisation, et la récupération du solvant chloré et de l'alcool inférieur soluble dans l'eau pour une réutilisation peuvent être effectuées selon un processus continu.

La présente invention sera ci-après décrite plus en détail. De la laine de mouton brute est nettoyée avec un solvant chloré. Un alcool inférieur soluble dans l'eau est ajouté à la liqueur de nettoyage résultante contenant de la lanoline, de la crasse, du suint et d'autres impuretés. Lorsque le mélange est ensuite laissé reposer, les impuretés (crasse, suint et d'autres matières solides), autre que la lanoline et dispersées dans la liqueur, se déposent au-dessous d'une couche de solvant contenant la lanoline, avec un interface net formé entre les deux couches qui est exempt d'émulsification. Les autres matières solides précitées contiennent des protéines, des fragments de fibres de laine, etc.

Les couches supérieure et inférieure sont ensuite séparées l'une de l'autre. (Pour séparer les deux couches plus rapidement, les couches peuvent être séparées de force, par exemple à l'aide d'une centrifugeuse avant que le mélange se sépare spontanément complètement en deux couches). Les solvants sont distillés de la couche de solvant pour recueillir l'extrait, à savoir la lanoline. Les solvants récupérés,

c'est-à-dire le solvant chloré et l'alcool inférieur soluble dans l'eau, sont en outre séparés l'un de l'autre en vue d'une réutilisation.

5 Le dépôt de crasse au fond de la couche inférieure en est extrait. Le gâteau subsistant est séché pour en récupérer de petites quantités de solvants. Le résidu est effectivement utilisable, par exemple, comme engrais.

10 Des solvants chlorés utilisables sont le 1,1,1-trichloréthane, le 1,1,2-trichloréthylène, le tétrachloréthylène, etc. Ces solvants sont recommandables également du point de vue de la sécurité.

15 Des liqueurs de nettoyage contenant de tels solvants et utilisables dans la présente invention sont celles contenant jusqu'à 50 % (en poids, la même chose que ci-après), de préférence jusqu'à 35 % de lanoline. Lorsqu'elle contient un excès de lanoline, la liqueur de nettoyage possède une viscosité trop élevée, est difficile à manipuler ne se
20 séparera pas en couches et donnera de la lanoline avec un rendement réduit et une qualité médiocre. Du point de vue économique, il est souhaitable que la liqueur de nettoyage contienne au moins environ 1 %, de préférence au moins environ 10 % de lanoline. Si
25 la teneur en lanoline est à l'extérieur de la plage précitée selon les conditions de nettoyage, la liqueur peut être diluée ou concentrée pour ajuster la teneur avant utilisation.

30 Des exemples d'alcools inférieurs solubles dans l'eau utilisables pour l'invention sont le méthanol, l'éthanol, le propanol, etc., parmi lesquels le méthanol est préférable du point de vue résultat et économique.

La quantité d'alcool soluble dans l'eau

-6-

à mélanger à la liqueur de nettoyage est fonction de la quantité de lanoline présente dans la liqueur ; une plus petite quantité d'alcool est utilisée lorsque la teneur en lanoline est faible, tandis qu'une quantité accrue d'alcool convient lorsque la teneur en lanoline est élevée. Par exemple, lorsque la liqueur de nettoyage a une teneur en lanoline faible d'environ 1 à 10 %, d'environ 2 à 70 % d'alcool peuvent être utilisés rapportés à la liqueur. Si la teneur en lanoline s'élève à environ 10 à environ 50 %, il est préférable d'utiliser environ 10 à 70 % d'alcool rapportés à la liqueur. Lorsque la quantité d'alcool se trouve dans cette plage recommandée, les impuretés se décanteront et se sépareront efficacement. Avec une quantité moindre d'alcool présente, les impuretés se décanteront très inefficacement, provoquant des difficultés de séparation et affectant défavorablement la qualité de la lanoline. De façon converse, l'utilisation d'un excès d'alcool se traduit par un rendement réduit de lanoline et est non rentable.

L'invention sera encore décrite en se référant aux exemples suivants.

Exemple 1

Du méthanol (222 g) est mélangé à 1000 g d'une liqueur de nettoyage consistant en 10,0 % de lanoline, 4,7 % d'autres matières solides et 85,3 % de 1,1,1-trichloréthane. Le mélange est brassé à température ambiante et ensuite laissé reposer pendant 40 minutes. Le dépôt de crasse au fond est ensuite extrait du mélange, et le mélange est encore centrifugé et séparé en matières solides et en une couche de solvant contenant de la lanoline. Les solvants sont distillés de la couche de solvant pour recueillir 98,0 g de lanoline. Le taux de récupération et les

propriétés de la lanoline sont les suivants. Le point de fusion est indiqué en point de fusion à tube ouvert.

Taux de récupération 98,0 %, indice d'acide 3,3, indice de saponification 102, indice d'iode 30, couleur (Gardner) 10, point de fusion 38,8°C.

Exemple 2

Du méthanol (150 g) est mélange à 1000 g d'une liqueur de nettoyage concentré consistant en 31,0 % de lanoline, 14,7 % d'autres matières solides et 54,3 % de 1,1,1-trichloréthane, et le mélange est complètement brassé à température ambiante. Le mélange, bien que visqueux par suite de la teneur élevée en lanoline, est centrifugée pour obtenir une couche de solvant séparée des matières solides. Les solvants sont distillés de la couche de solvant, donnant 287 g de lanoline (taux de récupération : 92,6 %).

La lanoline a les propriétés suivantes. Indice d'acide 2,6, indice de saponification 98, indice d'iode 28, couleur (Gardner) 12, point de fusion 39,0°C.

Exemple 3

Une quantité de 556 g d'éthanol est mélangée à 1000 g d'une liqueur de nettoyage consistant en 10,0 % de lanoline, 4,7 % d'autres matières solides et 85,3 % de 1,1,1-trichloréthane, et le mélange est brassé à température ambiante et ensuite centrifugée pour obtenir une couche de solvant séparée des matières solides. La couche de solvant est traitée de la même façon que dans l'exemple 1 pour récupérer 95,2 g de lanoline (taux de récupération : 95,2 %).

La lanoline a les propriétés suivantes. Indice d'acide 2,8, indice de saponification 100, indice d'iode 27, couleur (Gardner) 13, point de fusion 40,0°C.

-8-

Exemple 4

Une quantité de 223 g de méthanol est
mêlée à 1000 g d'une liqueur de nettoyage consistant
en 10,7 % de lanoline, 5,0 % d'autres matières solides
5 et 84,3 % de 1,1,2-trichloréthylène. Le mélange est
traité de la même manière que dans l'exemple 1 pour
recueillir 104,3 g de lanoline (taux de récupération :
97,5 %).

La lanoline a les propriétés suivantes.

10 Indice d'acide 3,2, indice de saponification 104,
indice d'iode 35, couleur (Gardner) 11, point de fusion
39,0°C.

Exemple de comparaison 1

15 Une quantité de 30 g de méthanol est mé-
langée à 1000 g d'une liqueur de nettoyage consistant
en 12,0 % de lanoline, 5,6 % d'autres matières solides
et 82,4 % de 1,1,1-trichloréthane, et le mélange est
brassé à température ambiante. Puisque la quantité de
méthanol est faible, une couche de solvant transparente
20 ne peut pas être obtenue même après que le mélange ait
été laissé reposer pendant plusieurs heures. Le mélange
est centrifugé pour obtenir une couche de solvant sépa-
rée des matières solides. La couche de solvant contient
encore une quantité considérable d'impuretés en suspen-
sion. Les solvants sont distillés de la couche de sol-
25 vant pour recueillir 116 g de lanoline. La grande quan-
tité de lanoline récupérée est due à l'inclusion d'im-
puretés. La lanoline a les propriétés suivantes.

30 Indice d'acide 2,8, indice de saponifica-
tion 101, indice d'iode 28, couleur (Gardner) 17, point
de fusion 39,0°C.

Exemple de comparaison 2

35 Une quantité de 953 g de méthanol est mé-
langée à 1000 g de la même liqueur de nettoyage qu'utili-
sée dans l'exemple 1, et le mélange est brassé à

température ambiante et est ensuite laissé reposer. La crasse décantée est ensuite extraite du mélange. Le mélange est encore centrifugé et ainsi séparé en une couche de solvant et en une couche de matières solides.

5 Les solvants sont distillés de la couche de solvant pour recueillir 73 g de lanoline (taux de récupération 73,0 %). La lanoline a les propriétés suivantes.

10 Indice d'acide 4,1, indice de saponification 99, indice d'iode 28, couleur (Gardner) 10, point de fusion 39,8°C.

REVENDEICATIONS

1. Procédé en vue de recueillir la lanoline, caractérisé en ce qu'il comporte le mélange d'un alcool inférieur soluble dans l'eau à une liqueur de nettoyage obtenue en nettoyant de la laine brute avec
5 un solvant chloré et contenant de la lanoline, la séparation d'une couche de solvant contenant la lanoline d'une couche contenant de la crasse, du suint et d'autres impuretés solides, et la distillation des solvants de la couche de solvant.

10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le solvant chloré est le 1,1,1-trichloréthane, le 1,1,2-trichloréthylène ou le tétrachloréthylène.

15 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alcool inférieur est du méthanol, de l'éthanol ou du propanol.

20 4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la liqueur de nettoyage contient environ 1 à environ 50 % en poids de lanoline.

25 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la liqueur de nettoyage contient environ 10 à environ 35 % en poids de lanoline.

30 6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la liqueur de nettoyage contient environ 1 à environ 10 % en poids de lanoline, et l'alcool est mélangé à la liqueur de nettoyage selon une quantité d'environ 2 à environ 70 % en poids rapportés à la liqueur.

35 7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la liqueur de nettoyage contient 10 à environ 50 % en poids de lanoline, et l'alcool est mélangé à la liqueur de nettoyage selon une quantité d'environ 10 à 70 % en poids rapportés à la liqueur.