

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: **81400922.1**

51 Int. Cl.<sup>3</sup>: **D 06 L 1/04**

22 Date de dépôt: **11.06.81**

30 Priorité: **20.06.80 FR 8013700**

43 Date de publication de la demande:  
**30.12.81 Bulletin 81/52**

84 Etats contractants désignés:  
**AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE**

71 Demandeur: **CHLOE CHIMIE**  
**Tour Générale 5, place de la Pyramide Quartier Villon**  
**F-92800 Puteaux(FR)**

72 Inventeur: **Peignier, Michel**  
**88, rue Yves Lecoz**  
**F-78000 Versailles(FR)**

72 Inventeur: **Renaut, Claude**  
**Les Hameaux de la Guilterie 22, Allée des Ormes**  
**F-78470 Saint-Remy-Les-Chevreuse(FR)**

74 Mandataire: **Rochet, Michel et al,**  
**CHLOE CHIMIE Service Brevets Tour Générale Cedex 22**  
**F-92088 Paris la Defense(FR)**

54 **Procédé d'anti-redéposition de salissures au cours du nettoyage à sec et composition pour sa mise en oeuvre.**

57 Procédé d'anti-redéposition de salissures sur des articles textiles en fibres naturelles, synthétiques, artificielles ou en leur mélange au cours des opérations de nettoyage à sec à l'aide de perchloréthylène stabilisé.

Il se caractérise par le fait que l'on incorpore à ce perchloréthylène une quantité suffisante d'au moins un alcool en C<sub>4</sub> à C<sub>6</sub> choisi parmi ceux présentant un point d'ébullition compris entre 95 et 140°C, et ceux formant avec le perchloréthylène un azéotrope dont le point d'ébullition est compris entre 80 et 130°C.

Application de ce procédé aux articles textiles, par exemple en coton, polyester, laine, polyacrylonitrile et polyamide.

**EP 0 042 779 A1**

PROCEDE D'ANTI-REDEPOSITION DE SALISSURES AU COURS  
DU NETTOYAGE A SEC ET COMPOSITION  
POUR SA MISE EN OEUVRE

5

La présente invention a pour objet un procédé d'anti-redéposition des salissures sur les articles textiles, dans le but d'empêcher les salissures de se redéposer sur un substrat en fibres naturelles, artificielles, synthétiques ou en un mélange de ces mêmes fibres et ainsi, maintenir en suspension dans le bain liquide au cours du nettoyage à sec, les salissures de ce substrat.

L'invention a également pour objet une composition anti-redéposition à base de perchloréthylène pour le nettoyage à sec des textiles, dans le but d'empêcher les salissures d'un substrat de se redéposer sur ce substrat.

Il est bien connu que lors des opérations de nettoyage à sec au moyen de perchloréthylène, de textiles tissés ou tricotés, les salissures extraites des textiles ont tendance à se redéposer sur ces mêmes textiles, surtout lorsque le perchloréthylène n'est pas régénéré régulièrement ce qui accentue le phénomène de "grisage" des textiles, plus facilement observé sur des tissus blancs ou de teintes claires.

Les facteurs pouvant intervenir sur cette redéposition sont multiples et la complexité du phénomène dépend principalement de la diversité des fibres mises en oeuvre dans le même bain même de nettoyage et de l'hygrométrie de l'atmosphère ambiante.

Divers agents d'anti-redéposition ont déjà été proposés pour le lavage des textiles en milieu aqueux, en particulier des dérivés de la cellulose.

Pour le nettoyage en milieu solvant organique, il est connu que certains renforçateurs ont une action anti-redéposition, en particulier les oxazines et amides substitués à plus de 10 atomes de carbone décrits dans le brevet français n° 1 386 783 et son addition n° 39 341. Cependant, ces renforçateurs présentent l'inconvénient majeur de ne pas être distillables et doivent donc être rajoutés après chaque opération de régénération du solvant souillé.

La présente invention propose en premier lieu une technique permettant d'éviter la redéposition et de limiter ainsi très consi-

dérablement le phénomène de "grisage", au cours du nettoyage à sec de textiles en fibres synthétiques, artificielles, naturelles ou mélangées. Un autre objet de l'invention réside dans la mise au point d'une technique permettant de récupérer et de réutiliser l'agent anti-redéposition à chaque régénération du bain. L'invention propose également une technique évitant la perte d'agent anti-redéposition par entraînement par l'eau apportée par les textiles et/ou les additifs usuels. L'invention propose encore une technique permettant de réduire la concentration en additif anti-redéposition au début de la phase de séchage, et de supprimer en conséquence les risques d'explosion. D'autres avantages apparaîtront à la lecture de l'exposé qui suit.

La demanderesse a trouvé qu'on pouvait parvenir aux résultats mentionnés ci-avant, par la mise en oeuvre dans le perchloréthylène convenablement stabilisé de certains alcools primaires ou secondaires.

L'invention a plus précisément pour objet un procédé d'anti-redéposition de salissures lors du nettoyage à sec, à l'aide de perchloréthylène convenablement stabilisé, procédé caractérisé par le fait que pour observer l'effet cherché de limitation du phénomène de "grisage" des textiles, on ajoute au perchloréthylène stabilisé et/ou au bain de nettoyage à sec une quantité suffisante d'au moins un alcool primaire ou secondaire de formule ROH dans laquelle le symbole R représente un radical alkyle ou alcényle renfermant de 4 à 6 atomes de carbone, ledit alcool présentant un point d'ébullition compris entre 95 et 140° et/ou formant avec le perchloréthylène un azéotrope dont la température d'ébullition est comprise entre 80 et 130°C.

L'effet recherché d'anti-redéposition ne devient perceptible que lorsqu'on ajoute au moins 0,5 % en poids de l'alcool au perchloréthylène, appréciable à partir d'environ 1 % en poids, et généralement optimum à une concentration allant jusqu'à 10 % en poids et, de préférence, de 1,5 à 5 % en poids.

Le perchloréthylène peut être stabilisé par tout agent de stabilisation approprié, en particulier ceux compatibles avec la présence des alcools définis ci-dessus, et tels que, entre autres, et sans que la liste suivante de composants soit limita-

tive : l'oxyde de butylène, la triéthylamine, le tertiobutanol, le N-méthylpyrrole, le diisobutylène, l'acétate d'isopropyle, et l'épichlorhydrine, pris séparément ou en mélange d'au moins deux  
5 de ces composés.

Le procédé d'anti-redéposition, selon l'invention, peut également comprendre l'adjonction de produits couramment employés en nettoyage à sec, comme par exemple des renforçateurs de nettoyage représentés par des tensio-actifs anioniques, cationiques  
10 ou non-ioniques, tels que : des alkylsulfonates, des alkylarylsulfonates, plus particulièrement le dodécyl benzène-sulfonate de calcium, des produits d'éthoxylation d'alcools gras, des sulfonates de pétrole, des alkylpolyglycoléthers, des polyglycoléthers d'alkyl phénol plus particulièrement le nonylphénol oxyéthyléné à  
15 12 moles d'oxyde d'éthylène, des agents d'avivage, des apprêts, des agents anti-statiques et des agents d'hydrofugation. Chacun de ces additifs peut être mis en oeuvre dans les proportions habituelles, par exemple de 1 à 10 g par litre de bain dans la mesure où il est compatible avec la présence des alcools de l'invention  
20 telles que définies ci-dessus.

En outre, le procédé de l'invention peut comprendre l'apport d'eau en proportion qui peut aller jusqu'à environ 5-6 % et, plus particulièrement de 2 à 3 % en poids par rapport aux textiles à nettoyer. Cette eau peut provenir de l'humidité apportée par les  
25 textiles eux-mêmes et/ou par les renforçateurs de nettoyage du commerce qui contiennent entre 4 et 30 % et habituellement de 8 à 14 % de leur poids d'eau. Parfois on additionne des quantités supplémentaires d'eau (environ 2 à 4 % en poids par rapport aux textiles à nettoyer) au bain de nettoyage contenant les renforçateurs afin d'améliorer l'effet de nettoyage vis-à-vis des souillures dites "maigres".  
30

L'invention a également pour objet une composition ou un bain utile dans le nettoyage à sec des textiles pour empêcher le "grisage" ou la redéposition des salissures sur les textiles à  
35 base de fibres naturelles, artificielles, synthétiques ou de mélanges de ces fibres, au cours même des opérations de nettoyage à sec, à l'aide de perchloréthylène convenablement stabilisé, contenant éventuellement de l'eau jusqu'à 6 % en poids par rapport

aux textiles à traiter et des additifs usuels, plus particulière-  
 ment des renforçateurs de nettoyage et des agents anti-statiques,  
 chacun de ces additifs pouvant être présent, à raison de 1 à 10 g  
 5 par litre de ladite composition, laquelle se caractérise par le  
 fait qu'elle contient, outre le perchloréthylène et ses agents de  
 stabilisation appropriés au moins 0,5 % en poids, plus générale-  
 ment entre environ 1 et 10 %, et de préférence, de 1,5 à 5 % en  
 poids par rapport à ladite composition d'au moins un alcool  
 10 primaire ou secondaire de formule ROH dans laquelle le symbole R  
 représente un radical alkyle ou alcényle renfermant de 4 à 6  
 atomes de carbone, ledit alcool présentant un point d'ébullition  
 compris entre 95 et 140° et/ou formant avec le perchloréthylène un  
 azéotrope dont la température d'ébullition est comprise entre 80  
 15 et 130°C.

Plus précisément l'invention s'applique à l'utilisation, dans  
 ladite composition, d'au moins l'un des alcools suivants :

butanol-1, butanol-2, isobutanol, butène-3 ol-2, méthyl-2  
 butanol-1, méthyl-3 butanol-1, méthyl-3 butanol-2, diméthyl 2,2  
 20 propanol-1, diméthyl-3,3 butanol-2, pentanol-3, pentène-1 ol-3,  
 pentène-4 ol-1, méthyl-2 pentanol-2, méthyl-3 pentanol-2, méthyl-4  
 pentanol-2, hexanol-2, hexanol-3.

Selon une forme préférée de réalisation de l'invention, on  
 met en oeuvre le butanol-1 et/ou l'isobutanol et/ou le méthyl-3  
 25 butanol-1 et/ou le butanol-2.

Le mode opératoire permettant d'évaluer le "grisage" des  
 textiles met en oeuvre une salissure représentative de la salis-  
 sure habituellement présente sur les vêtements, et ayant la compo-  
 sition pondérale suivante :

30 - Poussière de battage de tapis tamisée à 26 mesh  
 (mailles de 0,63 mm)..... 5  
 - Noir de fumée broyé dans son poids d'huile  
 minérale ..... 0,2  
 - Perchloréthylène stabilisé..... 160

35 Les échantillons de textiles blancs utilisés ont été les  
 suivants :

- polyester 100 % à 268 g/m<sup>2</sup>
- polyacrylonitrile 100 % à 220 g/m<sup>2</sup>
- laine 100 % à 280 g/m<sup>2</sup>
- 5 - coton 100 % à 110 g/m<sup>2</sup>

Afin d'évaluer le "grisage" des textiles on a placé dans une machine à tambour de laboratoire successivement :

- 225 cm<sup>2</sup> de chacun des échantillons de textiles précités
- 1 litre de la composition à base de perchloréthylène stabilisé dans lequel on a dispersé 4 cm<sup>3</sup> de la salissure
- 10 définie ci-dessus.

Après traitement durant 5 minutes à 25°C, les textiles ont été essorés et séchés à 60°C en étuve ventilée.

Chacun des échantillons ainsi traités et plus ou moins "grisés" a été soumis à une détermination de l'indice de réflec-

15 tance à l'aide du "Reflectionmeter 670" de la Compagnie "Photovolt" (Etats-Unis d'Amérique) équipé du filtre vert.

On a réglé l'appareil à 100 pour chaque textile d'origine non traité et on a mesuré la réflectance de chaque échantillon

20 "grisé". Le grisage est d'autant plus faible que la réflectance est plus proche de 100.

Les exemples suivants illustrent les divers aspects de l'invention, de façon non limitative. Les pourcentages indiqués des constituants de chaque composition sont exprimés en poids par

25 rapport à la composition considérée.

Dans tous les exemples, il est fait référence, à titre de témoin, aux mesures d'indice de réflectance d'échantillons de textiles traités dans les mêmes conditions avec le perchloréthylène stabilisé, mais ne contenant pas l'agent anti-redéposition

30 objet de la présente invention.

#### Exemples 1 à 12

En procédant selon le mode opératoire exposé ci-dessus, on a examiné l'effet "anti-grisage" ou anti-redéposition d'une composition à base de perchloréthylène initialement stabilisé auquel on a

35 incorporé différentes proportions de divers alcools.

Le perchloréthylène de départ était stabilisé par 0,0025 % de triéthylamine, 0,002 % de N-méthylpyrrole et de 0,02 % de t-butanol.

Les tableaux ci-après résument les résultats obtenus.

On a fait figurer dans ces tableaux, pour chaque série d'exemples, un essai témoin réalisé avec une composition ne renfermant pas d'alcool de l'invention.

TABLEAU I

Exemples	Fibre		Coton	Laine	Polyester	Polyacrylonitrile
	Composition					
	Témoin		81,5	86,5	76	67
1	Perchloréthylène + 2,5% méthyl-3 butanol-1		83	89	85,5	70
2	Perchloréthylène + 5% méthyl-3 butanol-1		90,5	88,5	93,5	86

TABLEAU II

Exemples	Fibre		Coton	Laine	Polyester	Polyacrylonitrile
	Composition					
	Témoïn		83,5	84,5	73	63
3	Perchloréthylène + 2,5 % butanol-1		82	91	88	75
4	Perchloréthylène + 5 % butanol-1		84	94	93	87
	Témoïn		73	77,5	57	59
5	Perchloréthylène + 2,5 % isobutanol		74	84,5	75	68
6	Perchloréthylène + 5 % isobutanol		81	90,5	89	82,5

TABLEAU III

Exemples	Fibre		Coton	Laine	Polyester	Polyacrylonitrile
	Composition					
	Témoïn		82	81,5	76,5	65
7	Perchloréthylène + 5 % butanol-2		83	91	92	81

Dans le tableau IV ci-après, on a fait apparaître que les réflectances cumulées des quatre fibres textiles ainsi que leur moyenne, pour des compositions à taux variable d'isobutanol.

TABLEAU IV

Exemples	Compositions	Réflectances cumulées	Moyenne
	Témoin	271	67,7
8	Perchloréthylène + 0,5 % isobutanol	286	71,5
9	Perchloréthylène + 1 % isobutanol	294	73,5
10	Perchloréthylène + 2,5 % isobutanol	320	80
11	Perchloréthylène + 5 % isobutanol	344	86
12	Perchloréthylène + 10 % isobutanol	349	87,2

REVENDEICATIONS

1. Procédé d'anti-redéposition c'est-à-dire ayant pour effet de diminuer la redéposition des salissures sur les articles textiles en fibres naturelles, synthétiques, artificielles, ou en leurs mélanges au cours des opérations de nettoyage à sec à l'aide de perchloréthylène convenablement stabilisé, caractérisé par le fait que l'on incorpore à ce perchloréthylène une quantité suffisante d'au moins un alcool primaire ou secondaire de formule ROH dans laquelle le symbole R représente un radical alkyle ou alcényle renfermant de 4 à 6 atomes de carbone, ledit alcool présentant un point d'ébullition compris entre 95 et 140° et/ou formant avec le perchloréthylène un azéotrope dont la température d'ébullition est comprise entre 80 et 130°C.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on incorpore au perchloréthylène au moins 0,5 % en poids de l'adjuvant d'anti-redéposition.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que l'on incorpore au perchloréthylène entre environ 1 et 10 % en poids de l'adjuvant d'anti-redéposition.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que l'on incorpore au perchloréthylène 1,5 à 5 % en poids de l'adjuvant d'anti-redéposition.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que l'adjuvant est le butanol-1 et/ou le butanol-2, l'isobutanol et/ou le méthyl-3 butanol-1.
6. Composition ou bain anti-redéposition de nettoyage à sec à base de perchloréthylène convenablement stabilisé, contenant éventuellement de l'eau jusqu'à 6 % en poids par rapport aux textiles à traiter et des additifs usuels, chacun de ces additifs pouvant être présent à raison de 1 à 10 g par litre de ladite composition ou dudit bain, caractérisé par le fait qu'elle ou qu'il renferme au moins 0,5 % en poids d'au moins un alcool primaire ou secondaire de formule ROH dans laquelle le symbole R représente un radical alkyle ou alcényle renfermant de 4 à 6 atomes de carbone, ledit alcool présentant un point d'ébullition compris entre 95 et 140° et/ou formant avec le perchloréthylène un

azéotrope dont la température d'ébullition est comprise entre 80 et 130°C.

5 7. Composition ou bain selon la revendication 6, caractérisé par le fait qu'elle ou qu'il renferme entre environ 1 et 10 % en poids de l'alcool.

8. Composition ou bain selon la revendication 6, caractérisé par le fait qu'elle ou qu'il renferme 1,5 à 5 % en poids de l'alcool.

10 9. Composition ou bain selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, caractérisé par le fait que l'alcool est représenté par le butanol-1 et/ou le butanol-2 et/ou l'isobutanol et/ou le méthyl-3 butanol-1.

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. <sup>3</sup> )
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée
A	<p><u>FR - A - 2 070 882</u> (PROCTER &amp; GAMBLE)</p> <p>* page 10, lignes 4-20; exemples; revendications *</p> <p>--</p>	1
	<p><u>FR - A - 2 077 423</u> (HENKEL)</p> <p>* page 2, lignes 1-15; exemples; revendications *</p> <p>--</p>	1
	<p><u>DE - B - 1 112 240</u> (CHEM. FABRIK STOCKHAUSEN)</p> <p>* revendication *</p> <p>-----</p>	
		<p>DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.<sup>3</sup>)</p> <p>D 06 L 1/04</p> <p>D 06 L 1/02 1/04 C 11 D 3/00</p>
		<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons</p>
<p><input checked="" type="checkbox"/> Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications</p>		<p>&amp;: membre de la même famille, document correspondant</p>
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye	28.09.1981	GOLLER