

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 28043 A1** (51) Cl. internationale : **C14C 1/08**

(43) Date de publication :
03.07.2006

(21) N° Dépôt :
28878

(22) Date de Dépôt :
16.03.2006

(30) Données de Priorité :
17.12.2003 EP 03078900.2 ; 01.03.2004 US 60/548,174

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/EP2004/014155 09.12.2004

(71) Demandeur(s) :
• **AKZO NOBEL N.V., Velperweg 76 6824 BM NL-6824 BM Arnhem (NL)**
• **GASES RESEARCH INNOVATION AND TECHNOLOGY S.L.(GRIT S.L.), BALMES, 66 PRAL. 1A E-08007 BARCELONA (ES)**

(72) Inventeur(s) :
BERKHOUT, Hermanus, Johannus ; GARCIA DEL RIO, José, Ramon

(74) Mandataire :
SABA & CO

(54) Titre : **PROCEDE DE TRAITEMENT DE LA PEAU D'ANIMAUX**

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé permettant de dégraisser et/ou de sécher la peau des animaux, qui consiste à mettre cette peau en contact avec un ou plusieurs solvants extracteurs comprenant au moins un solvant choisi dans le groupe formé d'éther diméthylque (DME), de méthylal, de dioxolanne, d'éther diéthylique et de méthyle éthyle cétone. De préférence, DME est le solvant extracteur.

ABREGE

L'invention concerne un procédé permettant de dégraisser et/ou de sécher la peau des animaux, qui consiste à mettre cette peau en contact avec un ou plusieurs solvants extracteurs comprenant au moins un solvant choisi dans le groupe formé d'éther diméthylique (DME), de méthylal, de dioxolanne, d'éther diéthylique et de méthyle éthyle cétone. De préférence, DME est le solvant extracteur.



PROCEDE DE TRAITEMENT DE LA PEAU D'ANIMAUX

La présente invention se rapporte à un procédé de traitement de peaux d'animaux. Plus particulièrement, la présente invention se rapporte à un procédé de dégraissage et/ou de séchage de peaux (hides et skins) ou de cuirs.

5 Les peaux d'animaux ainsi traitées peuvent être utilisées d'une manière conventionnelle, par exemple dans la fabrication de cuirs tannés.

Hormis les méthodes qui emploient des dissolvants perchlorés ou trichlorés, une des méthodes les plus courantes de dégraissage des peaux humides consiste à traiter ces peaux avec des dissolvants organiques et des détergents non ioniques et/ou anioniques à l'intérieur d'un tambour dans un environnement aqueux afin d'émulsionner les graisses.

Par exemple, le DE-OS 25 22 902 décrit des compositions de dégraissage contenant des surfactants non ioniques et/ou anioniques comme auxiliaires dans un dissolvant à base d'alcool. Le WO 93/18188 décrit l'utilisation d'agents dégraissants à base d'émulsifiants non ioniques du type alcoxylate d'alcool gras pour le dégraissage des peaux et des cuirs. Lesdits émulsifiants non ioniques contiennent un mélange (a) d'éthoxylates d'alcool gras C₁₂-C₁₈ avec en moyenne plus de 6 groupes EO dans la molécule et (b) les premiers bouillons d'éthoxylates d'alcool gras avec plus de 3 groupes EO dans la molécule ; (i) les alcools gras servant de base pour les composants (a) et (b) ont un indice d'iode inférieur à 10 et (ii) le composant (b) est présent en quantité de 2 à 10% en poids, par rapport à la somme de (a) et (b).

Toutefois, l'inconvénient principal de ces procédés est que les eaux usées générées contiennent des détergents, des graisses et des sels qui sont difficiles à biodégrader et/ou à recycler. Un autre inconvénient est que le résultat réalisé par cette méthode n'est pas aussi efficace qu'avec les méthodes employant des dissolvants perchlorés ou trichlorés.

Une autre méthode de dégraissage des peaux humides consiste à traiter ces peaux avec des hydrocarbures, tels les dérivés de pétrole, l'essence minérale et le nonylphénol. Ces méthodes de dégraissage présentent l'inconvénient que l'eau ne se dissout pas dans les dissolvants utilisés. Les peaux doivent ainsi être séchées dans un procédé séparé. En outre, avec lesdites méthodes de dégraissage, des eaux usées fortement polluées sont générées et comprennent entre autres des graisses, des poils, des restes de chair, des sels et des hydrocarbures. D'autre part, les peaux sèches sont en général dégraissées en utilisant des dissolvants chlorés tels PER (tétrachloroéthylène) et TRI (trichloroéthylène). Cependant, on sait que ces dissolvants sont fortement indésirables sur le plan de la santé humaine et du point de vue environnemental.

40 Les procédés de séchage des peaux sont décrits par exemple dans le US

3,444,625. Ce document se rapporte aux procédés dans lesquels l'eau est retirée des peaux contenant de l'eau par extraction avec des dissolvants organiques tels, par exemple, le formol, l'acétone, le chloroforme ou le dichlorométhane. Toutefois, l'inconvénient de ces procédés est que les peaux
5 doivent être dégraissées dans une étape séparée.

Un objectif de la présente invention consiste à fournir une alternative efficace aux techniques actuelles utilisées pour éliminer les graisses naturelles contenues dans les peaux sèches ou humides, une alternative qui est moins toxique et/ou qui cause moins de pollution environnementale tout en
10 présentant l'avantage supplémentaire que l'eau contenue dans les peaux peut être extraite avec les graisses.

L'objectif de l'invention est réalisé en fournissant un procédé de dégraissage et/ou de séchage de peaux d'animaux, comportant l'étape qui consiste à mettre les peaux en contact avec un dissolvant d'extraction ou plus. Le terme
15 "dissolvant d'extraction" désigne un dissolvant organique qui est capable de dissoudre à la fois les graisses et l'eau. On remarque qu'en anglais le terme "skins" (peaux) désigne souvent la peau des petits animaux, comme les porcs, les veaux ou les moutons, tandis que le terme "hides" (peaux) désigne la peau des grandes espèces animales, comme les vaches ou les chevaux. Toutefois, le
20 terme "skins" est utilisé dans l'art génériquement aussi pour décrire toutes les peaux d'animaux, comme c'est également envisagé ci-après.

Le dissolvant d'extraction selon la présente invention comprend de préférence au moins un dissolvant choisi du groupe comprenant le diméthyléther (DME), le méthylal, le dioxolane, l'éther diéthylique et la méthyléthylcétone. Vu la
25 facilité de leur récupération et pour des raisons de sécurité, on préfère utiliser ces dissolvants qui sont gazeux à la pression atmosphérique et à la température ambiante. De préférence, on utilise un mélange de dissolvants d'extraction qui comporte au moins 10% en poids, plus préférentiellement au moins 15% en poids, et le mieux au moins 25% en poids de DME, sur la base
30 de la quantité totale de dissolvants d'extraction. De préférence, ledit mélange de dissolvants d'extraction comporte, outre le DME, au moins un dissolvant d'extraction choisi du groupe comprenant le méthylal, le dioxolane, l'éther diéthylique, la méthyléthylcétone, l'éthanol, le propanol et l'isopropanol, et plus préférentiellement, au moins un dissolvant d'extraction choisi du groupe
35 comprenant le méthylal, le dioxolane, l'éther diéthylique et la méthyléthylcétone. Même plus préférentiellement, un mélange de méthylal et de diméthyléther est utilisé. Cependant, il vaut mieux utiliser le diméthyléther comme dissolvant d'extraction.

Bien que ceci soit moins préféré, les dissolvants d'extraction ou les mélanges
40 de dissolvants d'extraction susmentionnés peuvent également être utilisés comme un mélange avec un ou plusieurs dissolvants miscibles avec les

graisses, tel les esters, y compris l'acétate de méthyle, l'acétate d'éthyle et l'acétate de propyle ; les hydrocarbures, y compris le n-pentane, l'i-pentane, le cyclopentane, l'hexane, le cyclohexane, l'heptane, l'essence minérale et l'éther de pétrole ; les glycols, y compris le 2-éthoxyéthanol et le 2-butoxyéthanol ; ou les hydrocarbures chlorés, y compris $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{CF}_3$, $\text{CF}_3\text{CHFCF}_3$, CF_3Br et $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{F}$. De préférence, ledit mélange comporte au moins 35% en poids, plus préférablement au moins 50% en poids, et le mieux au moins 70% en poids de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction conformément à la présente invention, sur la base de la quantité totale de dissolvants utilisés. Plus préférablement, ledit mélange comporte au moins 10% en poids de DME, sur la base de la quantité totale de dissolvants utilisés.

Le diméthyléther (DME) est gazeux sous des conditions atmosphériques normales. Il peut être aisément liquéfié en le refroidissant à moins que -25°C à la pression atmosphérique ou par compression en dessus d'une pression atmosphérique d'environ 5 à la température ambiante. Le diméthyléther liquéfié présente l'avantage qu'il dissout aisément la plupart des graisses et dissout également environ 6.3% en poids d'eau à 20°C . Il a une densité relative, qui est la densité d'une substance divisée par la densité de l'eau, de 0.661, et une chaleur latente de vaporisation de 96.6 cal/g.

Le procédé selon la présente invention peut être utilisé comme une étape initiale afin d'enlever la graisse et/ou l'eau des peaux fraîches ou des peaux humides, mais il peut également constituer une étape de dégraissage dans un procédé de tannage ultérieur. Ainsi, les peaux éventuellement utilisées dans le procédé selon la présente invention peuvent être toutes les peaux qui conviennent également aux procédés conventionnels de dégraissage et/ou de séchage.

Il convient de noter que le terme "peaux" (skins) comme utilisé dans ce document désigne des peaux d'animaux fraîches, humides et sèches. Le terme "peau fraîche" désigne une peau qui est directement obtenue d'un abattoir, tandis que le terme "peau humide" désigne une peau qui est déjà passée par un ou plusieurs des procédés de préparation des cuirs tannés, tels le picklage, le confitage, le pelanage, l'épilage, le lavage, la tonte de laine, l'ébourrage ou le raclage de la chair. Le terme "peau sèche" désigne une peau qui a subi un traitement chimique de conservation tel, par exemple, le salage, et/ou un traitement physique de conservation tel, par exemple, le séchage, le refroidissement ou la congélation.

Ainsi, les exemples de peaux qui conviennent au traitement selon le procédé de la présente invention incluent les peaux qui ne sont ni salées ni traitées, obtenues de la dépouille des animaux ou des procédés de transformation des cuirs ; les peaux fraîches salées ou les peaux semi-traitées, c.-à-d. les peaux qui sont partiellement séchées et facultativement refroidies, ou les peaux

semi-élaborées, c.-à-d. les peaux qui ont déjà subi certains des procédés de préparation des cuirs tannés : les peaux finies, c.-à-d. les peaux qui ont subi toutes les étapes du procédé de tannage excepté l'étape de dégraissage et/ou de séchage ; les peaux qui sont des articles fabriqués qui doivent subir un
5 procédé semblable à celui appelé le dégraissage à sec ; et les peaux obtenues des tanneries de peaux de mouton qui peuvent dégraisser les peaux avant ou après le picklage.

Le mot "tannage" comme utilisé dans cette spécification est utilisé selon sa signification conventionnelle, c.-à-d. qu'il dénote le procédé général de
10 conversion des peaux brutes des animaux en cuir.

Les peaux à dégraisser selon le procédé de la présente invention sont préférablement choisies du groupe comprenant les peaux de moutons, les peaux de vaches, les peaux de chèvres et les peaux de porcs. Les peaux de moutons, de chèvres ou de porcs doivent être dégraissées en proportion
15 supérieure aux peaux de vaches. Il convient de noter que la personne compétente comprendra que le mot peau de vache inclut également la peau de taureau.

Le procédé est le même dans la manipulation des peaux fraîches, sèches, semi-élaborées ou finies. Le fait que les peaux peuvent renfermer des produits
20 chimiques tels, par exemple, du sel, des acides ou des détergents alcalins, normalement n'affecte pas négativement le procédé de dégraissage et/ou de séchage avec les dissolvants d'extraction susmentionnés et, par conséquent, ces peaux peuvent être utilisées dans le procédé de dégraissage et/ou de séchage selon la présente invention. En plus, les personnes compétentes dans
25 l'art reconnaîtront que le procédé selon l'invention peut subir des variations conventionnelles comme requis pour les conditions spéciales des tanneries où le procédé sera exécuté ou pour le traitement des peaux spéciales à dégraisser et/ou à sécher.

Le procédé d'extraction selon la présente invention peut être exécuté dans tout
30 réacteur ou récipient conventionnellement utilisé dans les procédés de dégraissage des peaux (skins et hides) ou des cuirs. Dans un mode de réalisation préféré, ledit procédé est exécuté sous pression dans un réacteur conventionnel où le contenu est statique et qui contient des systèmes appropriés pour mouiller les peaux. Dans le soi-disant réacteur statique, les
35 peaux pliées peuvent être laissées au fond du réacteur ou dans un panier qui est introduit par la suite dans le réacteur. Cependant, des saletés provenant des tuyaux de certaines parties du réacteur qui sont inaccessibles au nettoyage pourraient adhérer aux peaux. En plus, de l'eau et/ou des saletés pourraient s'accumuler dans les plis. Par conséquent, dans un mode de réalisation préféré
40 de la présente invention, les peaux sont placées dans le réacteur statique en position verticale alors que leur surface est mouillée de haut en bas avec le

dissolvant ou les dissolvants d'extraction, ou dans une autre position où ils peuvent être complètement mouillés par le dissolvant ou les dissolvants d'extraction.

5 Dans un autre mode de réalisation préféré, ledit procédé est exécuté dans un réacteur rotatif conventionnel. L'avantage d'un réacteur rotatif est que l'interface d'interaction entre le contenu de la peau et le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction sera améliorée par le mouvement rotatif, oscillant ou vibratoire, réduisant ainsi les temps d'extraction et activant le procédé.

10 La quantité totale de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction utilisée dans le procédé de dégraissage et/ou de séchage conformément à la présente invention, la pression appliquée et la température dans le réacteur sont choisies sur la base du poids total des peaux, de la teneur en graisse à éliminer, de la teneur analysée des peaux en eau, si des dissolvants miscibles avec les graisses sont utilisés ou non, et des éventuels traitements antérieurs.

15 Par exemple, la pression optimale à appliquer dépend de la façon de doser le dissolvant d'extraction et de la quantité (ou des quantités) et du type (ou des types) de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction utilisés. Cependant, une pression comprise entre 1 et 12 bars est typiquement appliquée, de préférence une pression inférieure à 10 bars, et le mieux inférieure à 8 bars.

20 Afin d'enlever les graisses de la façon la plus efficace, la température dans le réacteur est de préférence contrôlée de façon à être en dessous de 50°C, plus préférablement en dessous de 45°C, et le mieux en dessous de 40°C. La température appliquée est de préférence supérieure à 5°C, plus préférablement supérieure à 10°C, et le mieux supérieure à 15°C. Ceci peut être
25 convenablement réalisé en contrôlant la température d'un courant de recyclage au réacteur ou en chauffant ou en refroidissant le réacteur lui-même. La grande efficacité extractive du dissolvant ou des dissolvants d'extraction conformément à la présente invention permet un fonctionnement dans une large marge de températures, toutefois des températures en dessus de
30 la température ambiante sont préférablement appliquées. Il vaut mieux que la température soit comprise dans la marge de 20°C à 35°C. La température est de préférence contrôlée à 5% de la température de consigne afin d'obtenir un procédé reproductible.

35 Avant d'introduire le dissolvant ou les dissolvants d'extraction dans le réacteur et afin de garantir la sécurité, des mesures appropriées sont de préférence prises, telles l'introduction d'une atmosphère inerte dans le réacteur avant la mise en contact des peaux avec le dissolvant ou les dissolvants d'extraction, facultativement en combinaison avec un ou plusieurs
40 dissolvants miscibles avec les graisses. Plus préférablement, le réacteur demeure sous une atmosphère inerte durant la plus grande partie du procédé de dégraissage et/ou de séchage ou durant tout le procédé. Dans un mode de

réalisation préféré, le CO₂ ou le N₂ ou d'autres gaz inertes ou extincteurs sont utilisés à cette fin. Le maintien d'une pression constante au moyen d'un gaz inerte pendant le procédé d'extraction procure une sécurité additionnelle et fournit de l'énergie au procédé.

- 5 Pendant le traitement de dégraissage et/ou de séchage, le dissolvant ou les dissolvants d'extraction, facultativement en combinaison avec un ou plusieurs dissolvants miscibles avec les graisses conformément à la présente invention, peuvent être dosés de façon continue au réacteur, c'est-à-dire que les dissolvants combinés sont ajoutés de façon continue au réacteur durant un
- 10 certain temps. Le dosage du dissolvant (ou des dissolvants) d'extraction au réacteur peut également être effectué par intermittence durant l'opération, auquel cas la personne compétente dans l'art sera capable de choisir des intervalles de temps optimaux et des quantités optimales de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction à doser et, facultativement, des quantités optimales
- 15 de dissolvant (ou de dissolvants) miscible avec les graisses à doser, par des essais habituels. Une combinaison de ces techniques est également possible. Les exemples d'une combinaison de telles techniques incluent, par exemple, un procédé où le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction et, facultativement, le dissolvant (ou les dissolvants) miscible avec les graisses,
- 20 est ajouté/sont ajoutés d'abord de façon continue, puis l'ajout est arrêté, l'ajout du dissolvant (ou des dissolvants) reprend ensuite de façon continue. Toutefois, un dosage continu est une meilleure opération. Dans un mode de réalisation particulièrement préféré, le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction et, facultativement, le dissolvant (ou les dissolvants) miscible
- 25 avec les graisses est dosé/sont dosés alors qu'un liquide contenant un dissolvant (ou des dissolvants) d'extraction, facultativement un dissolvant (ou des dissolvants) miscible avec les graisses, de l'eau et des graisses, ci-après désigné par liquide d'extraction, est retiré du réacteur. Dans un mode de réalisation préféré davantage même, le liquide d'extraction ainsi isolé est purifié. Le mieux, le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction obtenu et, facultativement, les dissolvants miscibles avec les graisses obtenus est/sont recyclés au réacteur.
- 30

- Si l'on souhaite conserver un certain degré d'humidité dans les peaux, par exemple pour des raisons de flexibilité de la peau, ou lorsque ceci est utile
- 35 pour les étapes ultérieures du procédé de fabrication du cuir, une petite quantité d'eau doit être ajoutée au dissolvant (ou aux dissolvants) d'extraction et ou au dissolvant (ou aux dissolvants) miscible avec les graisses, si utilisé. Dans un mode de réalisation particulièrement préféré, la quantité requise d'eau est ajoutée au dissolvant (ou aux dissolvants) d'extraction qui est recyclé au réacteur. Ainsi, en variant la quantité d'eau dans ce dissolvant/ces
- 40 dissolvants, le degré de séchage peut facilement être ajusté et une peau



possédant un degré souhaité d'humidité est obtenue.

Lorsque les peaux sont dégraissées et séchées dans la mesure souhaitée, le liquide d'extraction est enlevé du réacteur, de préférence dans un circuit fermé. Typiquement, ce liquide contiendra entre autres des résidus de graisses et des protéines. De préférence, le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction est/sont isolés du liquide, et le mieux il est/ils sont recyclés dans le procédé. Les peaux obtenues contiendront une certaine quantité de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction et, facultativement, de dissolvant (ou de dissolvants) miscible avec les graisses qui est absorbée par les peaux. Ce dissolvant (ou ces dissolvants) est éliminé par un réglage du vide et/ou de la température, ou par extraction avec un gaz inerte. De préférence, ce dissolvant (ou ces dissolvants) absorbé dans la peau est évaporé et ultérieurement récupéré. Le mieux, les dissolvants combinés ainsi récupérés sont recyclés au réacteur. Le procédé sera considéré terminé lorsque la quantité totale de dissolvants toujours absorbée dans la peau est moins que 5 g par kg de peau traitée, plus préférablement moins que 2 g, même plus préférablement moins que 1 g, et le mieux moins que 0.5 g par kg de peau traitée, c.-à-d. comme déterminé en prélevant des échantillons des gaz évaporés.

Lorsque le DME est utilisé comme dissolvant d'extraction ou comme l'un des dissolvants d'extraction utilisés dans le procédé de dégraissage et/ou de séchage conformément à la présente invention, la présence de l'eau et sa solubilité dans le DME améliorent la sécurité du procédé sur le plan de l'inflammabilité, car les valeurs minimales et maximales d'inflammabilité sont réduites. Grâce à sa diffusivité élevée, le DME pénètre la peau facilement, dissolvant l'eau et les graisses y contenues, avec la formation d'un liquide d'extraction qui contiendra essentiellement, outre l'eau et les graisses, des protéines, sans polluer les résidus.

De préférence, les peaux sont mises en contact avec un ou plusieurs dissolvants d'extraction et, facultativement, avec les dissolvants miscibles avec les graisses conformément à la présente invention, pendant une durée fixe. Le temps d'extraction souhaité dépend de la teneur des peaux en eau et en graisse, de la difficulté de leur extraction et du résultat souhaité. Typiquement, le temps d'extraction est moins que 10 heures, plus préférablement moins que 8 heures, même plus préférablement moins que 4 heures, et le mieux moins que 1 heure. De préférence, les peaux sont mises en contact avec le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction et, facultativement, avec les dissolvants miscibles avec les graisses, pendant plus de 10 minutes, plus préférablement pendant plus de 20 minutes, et le mieux pendant plus de 30 minutes. Dans un mode de réalisation préféré, il est possible de prélever des échantillons de liquide d'extraction pendant le procédé d'extraction pour déterminer le moment où les peaux sont suffisamment dégraissées et/ou

séchées au moyen de techniques conventionnelles telles, par exemple, en appliquant la méthode de Karl Fisher de détermination du pourcentage d'eau ou en déterminant la teneur en eau et en graisses par l'évaporation du dissolvant (ou des dissolvants) d'extraction et par la suite en pesant le résidu ainsi obtenu. Habituellement, lorsque le type de peau à traiter est connu, c.-à-d. la race de l'animal aussi bien que sa région de provenance et de préférence son alimentation, la personne compétente peut facilement découvrir la teneur de la peau en graisse. Par exemple, une personne compétente sait que la peau d'un mouton mérino espagnol contient en général approximativement 12% de graisse, tandis que la peau des moutons australiens et anglais contient en général plus de 30% de graisse. En outre, il est généralement connu que les peaux de pores ont une teneur élevée en graisse.

Avec le procédé conformément à la présente invention, les peaux obtenues sont pratiquement sèches et parfaitement propres. Le procédé conformément à la présente invention prévoit le dégraissage des peaux jusqu'à un pourcentage de préférence supérieur à 50% en poids, plus préférablement supérieur à 75% en poids, même plus préférablement supérieur à 90% en poids, et le mieux supérieur à 98% en poids, sur la base de la quantité totale de graisse contenue à l'origine dans les peaux fraîches. Le procédé conformément à la présente invention prévoit que les peaux n'ayant pas subi une étape de pré-séchage soient séchées jusqu'à un pourcentage de préférence supérieur à 30% en poids, plus préférablement supérieur à 50% en poids, même plus préférablement supérieur à 75% en poids, et le mieux supérieur à 90% en poids, sur la base de la quantité totale d'eau contenue à l'origine dans les peaux fraîches. Toutefois, à certaines fins, on préfère maintenir un certain niveau d'humidité dans les peaux (*vide supra*).

Comme discuté ci-dessus, la quantité requise de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction pour réaliser des pourcentages satisfaisants de dégraissage et/ou de séchage dépend du type (ou des types) de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction utilisé, de la teneur des peaux à traiter en graisse et en eau, si le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction est utilisé ou non en combinaison avec des dissolvants miscibles avec les graisses conformément à la présente invention, et du degré souhaité de dégraissage et/ou de séchage des peaux. Toutefois, en général, l'utilisation d'une quantité de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction de 40 litres par kg de peau à dégraisser et/ou à sécher, plus préférablement de 20 litres, et le mieux de moins que 5 litres par kg de peau à dégraisser et/ou à sécher suffira pour obtenir une peau qui est pratiquement sèche, c.-à-d. plus que 90% en poids d'eau enlevée sur la base de la quantité d'eau contenue dans la peau fraîche, et une peau qui est parfaitement propre, c.-à-d. plus que 98% en poids de graisse enlevée sur la base de la quantité de graisse contenue dans la peau fraîche. Cependant, il

convient de noter que plus les temps d'extraction sont longs, moins de dissolvant est nécessaire pour réaliser les résultats souhaités.

De préférence, au moins 0.5 litre de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction par kg de peau à dégraisser et/ou à sécher est utilisé, plus
5 préférablement au moins 0.75 litre, et le mieux au moins 1 litre de dissolvant (ou de dissolvants) d'extraction est utilisé par kg de peau à dégraisser et/ou à sécher.

La présente invention est expliquée au moyen des exemples non restrictifs suivants. En plus, un exemple préféré d'une configuration appropriée d'un
10 réacteur et d'un système de recyclage associé pour exécuter le procédé conformément à la présente invention est illustré dans la figure annexée et sera décrit ci-dessous.

Exemple 1

Une peau fraîche de mouton et une peau fraîche de chèvre, obtenues d'un
15 abattoir, récemment dépouillées (un résidu de laine toujours adhérent à l'animal), et sales (ni lavées ni traitées), sont laissées pliées au fond d'un panier métallique, qui sert de support pour échantillons, en plis de 30x30 cm. Le panier est ensuite introduit dans un réacteur statique avec un contenu de 140 litres sous une pression de 4.1 bars. Ensuite, un gaz CO₂ est introduit
20 dans le réacteur. Le réacteur est purgé avec du diméthyléther (DME) jusqu'à l'élimination de l'air et du gaz CO₂ et la création d'un vide. L'équipement entier est pesé. L'équipement pèse 357 kg et le poids des peaux combinées est calculé comme étant 2.240 g. Ensuite, 53 kg de DME sont ajoutés à la phase liquide à une vitesse de 17 kg/min. La température est mesurée et le réacteur
25 est chauffé à 27°C et maintenu à cette température pendant une heure. Pendant cette heure, approximativement 17 kg/min de liquide d'extraction contenant du DME sont retirés du fond du réacteur et recyclés ensuite vers le haut du réacteur par une pompe à une vitesse d'écoulement de 17 kg/min. Ainsi, les peaux sont lavées à plusieurs reprises avec du DME. Après 1 heure,
30 le réacteur est vidé du DME et amené sous une atmosphère de CO₂, et les gaz combinés sont éloignés jusqu'à une zone de purge d'air. Ensuite, les peaux sont pesées. Dans une première pesée, les peaux pèsent 1.790 g, en raison de la présence de DME absorbé. Après six heures, le DME absorbé est évaporé, et les peaux pèsent 1.640 g. Ceci signifie une perte pondérale totale de 640 g
35 d'eau et de graisse, constituant 28.6% du poids des peaux non traitées.

En analysant le liquide d'extraction pendant le procédé, il est possible de calculer non seulement la quantité d'eau déshydratée, mais également la graisse enlevée. On trouve que l'extraction de la graisse est efficace, c.-à-d. plus que 99% de la graisse contenue dans les peaux est enlevée.

Exemple 2

Une peau humide de mouton et une peau humide de chèvre appelée "double face" (propre et sans chair, non tannée) avec la laine coupée sur mesure, sont laissées pliées au fond d'un panier métallique, qui sert de support pour échantillons, en plis de 30x30 cm et sont ultérieurement introduites dans un réacteur statique de 140 litres. Les deux peaux pèsent ensemble 2,180 g. Une procédure semblable à celle décrite dans l'exemple 1 est appliquée. Cependant, le recyclage est omis. En revanche, quatre lavages sont effectués avec 15 kg de DME dans le circuit de pompage. A chaque fois, le DME injecté est pompé à l'intérieur à une vitesse de 17 kg/min. Après soixante minutes, le réacteur est vidé du DME et la peau est pesée. Dans une première pesée, les peaux pèsent 1,630 g, en raison de la présence de DME absorbé. Après douze heures, le DME absorbé est évaporé, et les peaux pèsent 1,270 g. Ceci signifie une perte pondérale totale de 910 g d'eau et de graisse, constituant 41.7% du poids des peaux non traitées.

Les peaux séchées et dégraissées obtenues avec les procédures selon l'exemple 1 ou 2 sont pratiquement sèches, mais comme une certaine quantité d'eau est toujours présente dans les plis, les exemples 3 et 4 sont effectués alors que les peaux sont suspendues et que leurs surfaces sont mouillées de haut en bas.

Exemple 3

Deux peaux sèches "double face" de mouton et de chèvre sont introduites (propres et sans chair, sèches, non tannées) avec la laine coupée sur mesure, dans un réacteur statique de 140 litres. Elles sont laissées suspendues en position verticale et soutenues par les bords d'un panier métallique. Il n'y a pas de plis où les saletés et/ou l'eau peuvent s'accumuler. Les deux peaux ensemble pèsent 1,230 g. La même procédure que celle décrite dans l'exemple 2 est appliquée. Ainsi, quatre lavages sont exécutés chacun avec 15 kg de DME dans le circuit de pompage, le DME présent dans le réacteur étant remplacé à chaque fois. De nouveau, le DME injecté est pompé à l'intérieur à une vitesse de 17 kg/min. De nouvelles quantités de DME sont introduites approximativement chaque 15 minutes et des échantillons de DME circulant sont prélevés. Après soixante minutes (temps de pompage), le réacteur est vidé du DME. Ensuite un vide est créé pendant deux heures et les peaux sont pesées. Dans une première pesée, les peaux pèsent 1,030 g, en raison de la présence de DME absorbé. Après deux heures, le DME absorbé est évaporé et les peaux pèsent 1,040 g, étant donné qu'elles avaient absorbé un peu d'humidité atmosphérique en raison de leurs propriétés hygroscopiques. Ceci signifie une perte pondérale totale de 190 g d'eau et de graisse, constituant 15.44% du poids des peaux non traitées. Les peaux sont pratiquement sèches.

L'analyse effectuée sur ces peaux par la méthode de Soxlet conformément au Standard IUC-4/ISO 4048 en utilisant du chlorure de méthylène montre que les peaux de mouton et de chèvre traitées ont une teneur en graisse inférieure à 1% et 2%, respectivement.

- 5 L'efficacité extractive observée avec ces peaux sèches est supérieure à celle observée avec les peaux humides de l'exemple 2.

Exemple 4

Deux petits morceaux de peau de vache humide, c.-à-d. une peau de vache picklée et une peau de vache (propre et sans chair, humide, épilée et non tannée) de 560 g et de 700 g de poids, respectivement, sont laissées suspendues en position verticale, près du fond d'un panier métallique en raison de leurs petites dimensions, et soutenues par les bords du panier. Ensuite, le panier métallique est introduit dans un réacteur statique de 140 litres. Il n'y a pas de plis où les saletés et/ou l'eau peuvent s'accumuler. La même procédure que celle décrite dans l'exemple 2 est appliquée. Ainsi, quatre lavages sont exécutés, chacun avec 15 kg de DME dans le circuit de pompage, le DME étant remplacé à chaque fois comme s'il est introduit à partir d'une éventuelle installation de recyclage. De nouveau, le DME injecté est pompé à l'intérieur à une vitesse de 17 kg/min. Après soixante minutes (temps de pompage), le réacteur est vidé du DME. Ensuite un vide est créé pendant dix minutes et la peau est pesée. Dans une première pesée, les peaux pèsent 270 g et 340 g, respectivement. Après deux heures, les poids des deux peaux sont toujours les mêmes. Ceci signifie une perte pondérale totale de 290 g et de 360 g, respectivement, d'eau et de graisse, constituant 48,2% et 51,4%, respectivement.

L'analyse entreprise sur ces peaux par la méthode de Soxlet conformément au Standard IUC-4/ISO 4048 en utilisant le chlorure de méthylène montre que les peaux de vache traitées ont toutes les deux une teneur en graisse inférieure à 1%.

- 30 Un exemple préféré d'une configuration appropriée d'un réacteur et d'un système de recyclage associé pour effectuer le procédé conformément à la présente invention est montré dans la figure annexée.

Cette configuration comporte un réacteur statique ou rotatif 1, connu en tant que tel et quelquefois désigné aussi par "digesteur", pour contenir les peaux à dégraisser et/ou à sécher. Le réacteur 1 comprend une entrée 2 pour le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction frais et une sortie 3 pour le liquide d'extraction contenant, par exemple, des résidus de graisse et des protéines aussi bien que de l'eau. La sortie 3 est connectée, par l'intermédiaire d'un tuyau, à un rebouilleur 4, muni d'un élément chauffant (non illustré). Le fond du rebouilleur 4 est connecté à un ballon de détente 5, alors que le haut du

rebouilleur 4 est connecté au haut d'un collecteur/condensateur 6 pour le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction récupéré, comme expliqué ci-dessous. Bien que le haut du ballon de détente 5 puisse en principe être connecté directement soit au haut du rebouilleur 4 ou au haut du collecteur 6, il est préférable qu'il soit connecté à un autre récipient, dans cet exemple un récipient de récupération 7. Un tel récipient additionnel peut être employé, par exemple pour vérifier si l'eau ou les résidus sont toujours présents dans le dissolvant d'extraction provenant du ballon de détente 5. Pour fermer le circuit, le fond du collecteur 6 est connecté à l'entrée 2 du réacteur 1. Les récipients 6 et 7 sont chacun munis d'un drain pour retirer le dissolvant ou les dissolvants récupérés qui ne doivent pas être recyclés.

Si le liquide d'extraction contient du DME, le système de recyclage est typiquement opéré. Ainsi les peaux sont dégraissées et/ou séchées dans le réacteur 1 à approximativement 25°C et 4 bars ; les contenus liquides du réacteur 1 sont pompés au rebouilleur 4, où le dissolvant ou les dissolvants d'extraction est distillé/sont distillés à une température et à une pression légèrement supérieures, par exemple à approximativement 35°C et 6 bars ; la phase vapeur résultant de cette distillation flotte jusqu'au collecteur 6, où elle se condense en liquide à approximativement 25°C et 4 bars ; le dissolvant ou les dissolvants récupérés est alimenté/sont alimentés au réacteur 1.

Si la quantité extraite de graisse et d'eau à l'intérieur du rebouilleur 4 dépasse un seuil présélectionné, par exemple 50% du contenu du rebouilleur 4, la graisse extraite et l'eau sont pompées au ballon de détente 5. Dans le ballon de détente 5, le dissolvant ou les dissolvants d'extraction est bouilli/sont bouillis ou évaporés, par exemple à approximativement 45°C et 8 bars, et la phase vapeur résultante flotte jusqu'au récipient de récupération 7, où elle se condense sous des conditions semblables à celles du collecteur 6. Le dissolvant ou les dissolvants d'extraction condensés est pompé/sont pompés au collecteur 6 et les résidus de graisse et l'eau sont retirés du fond du ballon de détente 5 et recueillis dans des tambours.

Le procédé décrit ci-dessus s'est avéré particulièrement efficace dans la récupération et le recyclage du DME et d'autres dissolvants d'extraction.



Revendications

1. Un procédé de dégraissage et/ou de séchage des peaux, qui consiste à mettre les peaux à dégraisser ou à sécher en contact avec un ou plusieurs dissolvants d'extraction comprenant au moins un dissolvant choisi du groupe comprenant le diméthyléther (DME), le méthylal, le dioxolane, l'éther diéthylique et la méthyléthylcétone.
5
2. Un procédé selon la revendication 1 où le dissolvant d'extraction est le diméthyléther (DME) ou un mélange de dissolvants comprenant le diméthyléther (DME).
- 10 3. Un procédé selon la revendication 2 où le mélange de dissolvants comporte au moins 10% en poids de DME, sur la base de la quantité totale de dissolvants.
4. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes où les peaux sont choisies du groupe comprenant des peaux de moutons, des peaux de vaches, des peaux de chèvres et des peaux de porcs.
15
5. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes où le dissolvant ou les dissolvants d'extraction sont utilisés en combinaison avec un ou plusieurs dissolvants miscibles avec les graisses choisis du groupe comprenant des esters tels l'acétate de méthyle, l'acétate d'éthyle et l'acétate de propyle ; des hydrocarbures tels le n-pentane, l'i-pentane, le cyclopentane, l'hexane, le cyclohexane, l'heptane, l'essence minérale et l'éther de pétrole ; des glycols tels le 2-éthoxyéthanol et le 2-butoxyéthanol ; et des hydrocarbures chlorés tels $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{CF}_3$, $\text{CF}_3\text{CHFCF}_3$, CF_3Br et $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{F}$.
20
25
6. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes, qui est exécuté dans un réacteur statique ou rotatif.
- 30 7. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes, qui est exécuté sous une pression de 1 à 12 bars et à une température comprise entre 5°C et 40°C.
8. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes où les peaux sont mises en contact avec un ou plusieurs dissolvants d'extraction pendant une durée allant de 10 minutes à 10 heures.
35
9. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes où les peaux sont dégraissées jusqu'à un

pourcentage supérieur à 50% en poids, sur la base de la quantité totale de graisse contenue à l'origine dans les peaux fraîches, et/ou séchées jusqu'à un pourcentage supérieur à 30% en poids, sur la base de la quantité totale d'eau contenue à l'origine dans les peaux fraîches.

- 5 10. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes comprenant les étapes qui consistent à
- placer les peaux à dégraisser et/ou à sécher dans un réacteur,
 - amener le réacteur sous une atmosphère inerte, et
 - 10 - mettre lesdites peaux en contact avec un ou plusieurs dissolvants d'extraction en dosant lesdits dissolvants d'extraction au réacteur de façon continue, par intermittence, ou par une combinaison de ces derniers.
11. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes où le dissolvant ou les dissolvants
15 d'extraction sont isolés après avoir été en contact avec les peaux et ultérieurement recyclés.
12. Un procédé selon la revendication 11 comportant les étapes qui consistent à
- 20 - retirer le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction qui contient des résidus de graisse et/ou de l'eau du réacteur et transporter le dissolvant (ou les dissolvants) vers un premier récipient,
 - chauffer le dissolvant (ou les dissolvants) dans le premier récipient,
 - 25 - transporter la phase vapeur résultant de ce chauffage vers un deuxième récipient,
 - condenser la phase vapeur dans le deuxième récipient, et
 - alimenter le dissolvant (ou les dissolvants) ainsi récupéré au réacteur.
- 30 13. Un procédé selon la revendication 12 comportant d'autres étapes qui consistent à
- retirer la phase liquide du premier récipient et la transporter vers un troisième récipient,
 - bouillir ou évaporer le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction contenu dans la phase liquide,
 - 35 - alimenter le dissolvant (ou les dissolvants) d'extraction au deuxième récipient, soit directement ou par l'intermédiaire d'un quatrième récipient.

14. Un procédé selon une revendication quelconque parmi les revendications précédentes où entre 0.5 et 40 litres de dissolvants d'extraction sont utilisés par kilogramme de peaux.

Nombre de lignes : 562

5

**(CINQ CENT SOIXANTE DEUX LIGNES)
(QUINZE PAGES)**

15

**AKZO NOBEL N.V. & GASES RESEARCH
INNOVATION & TECHNOLOGY S.L. (GRIT S.L.)
P.P. SABA & CO., Casablanca**