

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la  
Propriété Intellectuelle  
Bureau international



WIPO | PCT



(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2023/126480 A1**

(43) Date de la publication internationale  
06 juillet 2023 (06.07.2023)

(51) Classification internationale des brevets :

C07C 51/09 (2006.01) C08J 11/14 (2006.01)  
C07C 59/08 (2006.01) C08J 11/24 (2006.01)  
C08J 11/08 (2006.01)

UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/EP2022/088010

(22) Date de dépôt international :

29 décembre 2022 (29.12.2022)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

BE2021/6093 29 décembre 2021 (29.12.2021) BE  
BE2021/6092 29 décembre 2021 (29.12.2021) BE

(71) Déposant : NOOSA [BE/BE] ; Allée de la Recherche 4, 1070 Anderlecht (BE).

(72) Inventeurs : L'EBRELLEC, Hélène ; Place Antoine Delporte 20, 1060 Bruxelles (BE). HAJAR, Faraj ; Rue Grétry, 1000 Bruxelles (BE).

(74) Mandataire : CALYSTA NV ; Lambroekstraat 5A, 1831 Diegem (BE).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ,

Publiée:

- avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))
- en noir et blanc ; la demande internationale telle que déposée était en couleur ou en échelle de gris et est disponible sur PATENTSCOPE pour téléchargement.

(54) Title: METHOD FOR ISOLATING FIBERS POLYLACTIC ACID-BASED FROM A MIXTURE OF TEXTILE FIBERS AND RECOVERY OF THE LATTER NO LONGER CONTAINING POLYLACTIC ACID

(54) Titre : PROCEDE POUR ISOLER LES FIBRES A BASE DE D'ACIDE POLYLACTIQUE HORS D'UN MELANGE DE FIBRES TEXTILES ET RECUPERATION DE CES DERNIERES NE CONTENANT PLUS D'ACIDE POLYLACTIQUE

(57) Abstract: A method for treating a mixture of textile fibers comprising PLA textile fibers and non-PLA textile fibers, wherein the mixture of fibers is introduced into a tank with a solvent for PLA in a PLA/lactic ester mass ratio between 0.05 and 0.6, at a temperature between 100°C and 130°C in order to recover the solution containing the dissolved PLA-containing textile fibers and subject them to a treatment in order to recover the lactic acid, wherein the non-PLA textile fibers are separated from the lactic ester solvent in order to recover them and treat them to allow reuse.

(57) Abrégé : Procédé de traitement d'un mélange de fibres textiles comprenant des fibres textiles PLA et des fibres textiles non-PLA dans lequel le mélange de fibres est introduit dans une cuve avec un solvant du PLA dans un rapport massique masse de PLA/ester lactique compris entre 0,05 et 0,6, à une température comprise entre 100 et 130°C pour récupérer la solution contenant les fibres textiles contenant du PLA dissoutes et les soumettre à un traitement pour récupérer l'acide lactique, dans lequel les fibres textiles non-PLA sont séparées du solvant d'ester lactique pour les récupérer et les traiter pour les réutiliser.

WO 2023/126480 A1

**PROCEDE POUR ISOLER LES FIBRES A BASE DE D'ACIDE POLYLACTIQUE**  
**HORS D'UN MELANGE DE FIBRES TEXTILES ET RECUPERATION DE CES DERNIERES NE**  
**CONTENANT PLUS D'ACIDE POLYLACTIQUE**

5                   **DOMAINE D'INVENTION**

La présente invention se rapporte à un procédé de traitement d'un mélange des fibres textiles, en particulier pour isoler des fibres textiles en acide polylactique (PLA) d'un mélange de fibres contenant aussi bien des fibres en PLA appelées fibres textiles contenant du PLA que d'autres fibres textiles, d'origine  
10 naturelle ou chimique, appelées fibres textiles non-PLA présentes dans un produit textile.

Plus particulièrement le procédé de l'invention se rapporte au traitement des fibres textiles restantes après avoir isolé celles en PLA afin de pouvoir les réutiliser après recyclage

15                   **ETAT DE L'ART**

En scrutant les étiquettes de composition des textiles de notre quotidien, il est frappant de constater la grande diversité des fibres textiles.

Chaque fibre textile possède des propriétés uniques ce qui explique qu'une si vaste variété existe. Les fibres textiles se divisent en deux grandes familles :  
20 les fibres naturelles et les fibres chimiques. Les fibres naturelles désignent les fibres déjà présentes à l'état de fibre dans la nature (coton, lin soie, laine...) en opposition aux fibres chimiques qui résultent d'une transformation chimique. Chaque fibre possède des propriétés uniques qui les distinguent les unes des autres. Le mélange de fibres consiste à associer dans un produit textile différentes fibres afin d'obtenir des  
25 propriétés uniques dans le produit fini. Les mélange de fibres sont aussi fait pour des raisons économiques (toutes les fibres n'ont pas le même coût et mélanger une fibre onéreuse avec une qui l'est moins va réduire le prix du produit fini).

Dans l'inconscient collectif, les fibres naturelles sont considérées comme plus écologiques car provenant de sources renouvelables. Or le coton en est le  
30 meilleur contre-exemple avec une culture nécessitant de grande quantité d'engrais et d'eau. Les fibres chimiques en partie pétrosourcées, ont une production énergivore

et sont responsables du relargage de microplastiques dans l'environnement. L'impact à long terme des microplastiques faisant encore aujourd'hui l'objet d'étude d'impact.

5 Le manque de données sur le réel impact des fibres textiles sur l'environnement et la santé humaine ne permet pas de juger de l'aspect durable d'une fibre textile par rapport à une autre. Il apparaît pourtant essentiel pour les acteurs du textile de réduire l'impact de la deuxième industrie la plus polluante au monde. L'une des solutions envisagées est la réduction de déchets lors de la fin de vie des articles textiles (vêtements, textiles d'ameublement, etc. Appelé déchets post-  
10 consommateurs) mais aussi lors de la production (déchets pré-consommateurs). Un concept d'économie circulaire, favorise la réutilisation de produits en fin de vie pour servir à créer de nouveaux produits sans avoir recours donc à de nouvelles ressources naturelles de la planète. La finalité est de développer de nouvelles ressources de matières premières par réutilisation des matières de base recyclées à cet effet.

15 On sait que les procédés de recyclage textile sont considérés comme essentiels pour remplir cet objectif de circularité dans l'industrie textile.

On sait également que les techniques de recyclage existantes à ce jour, qui permettent à partir de textile de retourner à du textile, sont le recyclage mécanique et le recyclage chimique. Par contre, le recyclage thermique bien connu  
20 de l'homme de l'art, ne permet pas à ce jour de reproduire des fibres textiles à partir de déchets textiles, ce processus dégradant le polymère.

Le recyclage mécanique des textiles consiste en une succession d'étape de découpe et d'effilochage pour qu'un textile retourne à l'état de fibre. La fibre obtenue peut être ensuite de nouveau filée (transformation en fil) pour être  
25 ensuite retransformée en étoffe (tricot ou tissu). Cette fibre peut également servir de matière de remplissage (matelas par exemple) ou être transformée en non-tissé quand sa qualité est trop médiocre pour être refilée, cet inconvénient étant de préférence à éviter autant que possible.

Après leur cycle de vie dans un textile, les fibres sont déjà dégradées,  
30 de par l'usage normal, mais aussi par la succession d'étapes mécaniques qui vont d'avantage les solliciter mécaniquement jusque, dans certains cas les réduire en poudre. Même en partant de textiles neufs (invendus, chutes de production...), les

fibres sont agressées par l'effilochage et leur longueur peut s'en retrouver si réduite qu'il sera impossible de les retransformer en fil par la suite.

Il est également connu dans l'état de l'art, que pour pouvoir être filée, une fibre textile doit mesurer au minimum 12 mm.

5 D'autre part il faut tenir compte que les mélanges de fibres textiles sont un frein important au recyclage mécanique. En effet, le recyclage mécanique ne permet pas de séparer les différentes natures de fibres, la composition du produit recyclé obtenue sera très difficile à contrôler et par extension ses propriétés et sa qualité seront également très difficile à contrôler. Il convient de noter que  
10 l'élasthanne est le frein principal au recyclage mécanique, au-delà de 8% d'élasthanne dans la composition d'une étoffe, l'effilochage sera compromis.

Le recyclage chimique est une dépolymérisation partielle ou complète des polymères qui composent les fibres textiles. Les monomères ou oligomères ainsi obtenus peuvent être utilisés tel quels ou réemployés dans la synthèse de nouveau  
15 polymères. La limite du recyclage chimique réside dans le fait qu'une étape de dissolution est nécessaire avant la réaction de dépolymérisation. Cette dissolution est responsable de coupures de chaînes, lesquelles coupures mènent à une diminution du degré de polymérisation soit du poids moléculaire. Le poids moléculaire est lié aux propriétés mécaniques d'une fibre textile. En diminuant ce poids, une perte de  
20 ténacité et d'élasticité est observée. Les fibres obtenues après recyclage chimique présentent des propriétés mécaniques dégradées, ce qui nécessite typiquement d'ajouter un pourcentage de fibres « vierges » pour assurer les propriétés de l'article textile final. En général ce pourcentage est supérieur à 40% pour les fibres cellulosiques (fibres textiles composé de cellulose) et 20% pour les fibres de polyester.

25 Cependant la dissolution constitue souvent la première étape qui permet la séparation des fibres textiles. Les solvants étant sélectifs, une seule fibre textile est mise en solution, les autres gardant leur aspect fibre mais subissant comme expliqué dans le paragraphe précédent, un vieillissement chimique les rendant impropre à une utilisation dans une application textile.

30 Le document brevet WO2021148549A1 montre l'existence d'un procédé de recyclage chimique de fibres textiles de PLA sans compromettre la qualité du PLA recyclé. Ce PLA présente à la fin du cycle de recyclage des propriétés

identiques et adéquates à une utilisation sous forme de fibre textiles pour la confection d'un article textile.

Il existe donc un besoin de développer des solutions de recyclage pour les textiles composés de mélange de fibres, et ce sans trop endommager les fibres du mélange, de manière à pouvoir les réemployer pour une application textile.

La présente invention s'inscrit dans la mise en œuvre d'un procédé pour isoler des fibres textiles en acide polylactique (PLA) d'un mélange de fibres contenant aussi bien des fibres en PLA que d'autres fibres textiles d'origine naturelle ou chimique présentes dans un textile.

Plus particulièrement le procédé de l'invention se rapporte au traitement des fibres textiles restantes après avoir isolé celles en PLA afin de pouvoir les réutiliser après avoir recyclé ces fibres textiles.

La présente invention s'inscrit dans un processus de recyclage chimique du PLA connu en soi de l'homme de l'art tout en permettant la séparation de fibres textiles non-PLA sans les détériorer dans le but d'une réutilisation dans un produit textile.

### **PRINCIPE DE L'INVENTION**

Dans le cadre de la gestion de la fin de vie des textiles il existe deux grands challenges. Le premier concerne les textiles que l'on peut retransformer en monomères de départ, comme par exemple, les textiles polymères composés pratiquement d'une seule matière (voir document de brevet WO2021148549 pour ce qui concerne le polymère PLA) alors que le deuxième concerne la manière de récupérer les fibres textiles sans trop les endommager de manière à les refilet. Ces deux challenges étant généralement adressés de manière séparée dans la littérature.

La Demanderesse a maintenant trouvé que l'on pouvait dans un procédé unique adresser ces deux challenges, en particulier dans le cadre des textiles formés de mélange de fibres comprenant des fibres textiles non-PLA et des fibres textiles contenant du PLA.

Le procédé combiné de la présente invention comprend un traitement des fibres textiles, permettant d'isoler des fibres textiles contenant du PLA des autres

fibres textiles non-PLA afin de traiter les fibres textiles non-PLA résiduelles mais non endommagée pour pouvoir les refilet.

Cette étape comprend une dissolution dans un solvant du PLA, comme par exemple, un solvant choisi parmi les lactates d'alkyle.

5 Il est ainsi prévu selon l'invention un procédé de traitement d'un mélange de fibres textiles comprenant des fibres textiles non-PLA et des fibres textiles contenant du PLA, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- Introduire le mélange de fibres textiles dans une cuve  
- Introduire dans cette cuve un solvant du PLA en quantité  
10 prédéterminée, à une température comprise entre 100 et 130°C pour former d'une part une solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes, et d'autre part du PLA non dissout et des fibres textiles non-PLA en suspension

- Laver les fibres textiles non-PLA au moyen du solvant du PLA,  
15 - Récupérer la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes pour la soumettre à un traitement pour récupérer de l'acide lactique, et  
- Récupérer les fibres textiles non-PLA pour les traiter pour les recarder et les refilet

20 dans lequel le solvant du PLA en quantité prédéterminée est ajouté de telle manière que le rapport massique entre la masse de PLA et la masse de solvant du PLA soit compris entre 0,05 et 0,6, le procédé comprenant en outre l'étape suivante :

- Séparer les fibres textiles non-PLA et les fibres textiles contenant  
du PLA non dissoutes de la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles  
25 contenant du PLA dissoutes par séparation liquide/solide pour récupérer d'une part les fibres textiles non PLA et les fibres textiles contenant du PLA non dissoutes et d'autre part la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes.

30 Comme on peut le constater, le procédé selon la présente invention comprend une étape d'introduction du mélange de fibres textiles dans une cuve. Un solvant du PLA est ensuite introduit afin de solubiliser des fibres textiles contenant du PLA.

Le rapport massique entre la masse de PLA et la masse de solvant du PLA est compris entre 0,05 et 0,6, de préférence entre 0,06 et 0,3, de manière préférée entre 0,06 et 0,09.

5 Il est avantageux de travailler avec un tel rapport massique pour la facilité de manipulation et le traitement de la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes. Cette solution est engagée dans une étape de filtration et il est important que sa viscosité ne soit pas trop élevée. Au-dessus d'un rapport massique de 0,6, la solution devient très visqueuse, ce qui peut entraîner une filtration moins efficace.

10 Un autre avantage de travailler avec un tel rapport massique est d'éviter que la solution ne se solidifie lorsque la température diminue. En effet, si le rapport massique entre la masse de PLA et la masse de solvant du PLA est supérieur à 0,6, la solution peut se solidifier rapidement quand la température diminue, ce qui entraîne des complications lors de la manipulation et du traitement de la solution.

15 Par solvant du PLA, nous entendons un ester lactique, tel que par exemple un lactate d'alkyle, ou par exemple du lactate d'éthyle.

Une séparation de la matière solide comprenant les fibres textiles non-PLA et les fibres textiles contenant du PLA non dissoutes de la matière liquide comprenant le solvant du PLA et les fibres textile contenant du PLA dissoutes  
20 s'effectue par séparation liquide/solide au moyen par exemple de filtres sous pression tels que filtre à tamis, filtre à cuve, filtre à cadres, filtre monoplaques, filtre presses, ou équivalent, au moyen de filtre sous vide tels que filtre Nutsche, filtre à disque, filtre à tambour rotatif à couteau ou à bande sortante, filtre à tambour rotatif à pré-couches, filtre à bande, filtre à plan horizontaux, filtre à godets ou équivalent, ou au moyen de  
25 filtre par gravité.

Le lavage de la matière solide par le solvant du PLA permet de diminuer la quantité de PLA résiduel dans la matière solide ainsi que d'augmenter la proportion de PLA dissout par rapport à la quantité de PLA initial.

30 Le traitement de la matière liquide comprenant le solvant du PLA et les fibres textiles contenant du PLA dissoutes permet de récupérer de l'acide lactique. Cet acide lactique pourra être utilisé pour différentes applications, par exemple pour former du PLA.

Le PLA non dissout lors de l'étape d'introduction du solvant du PLA peut éventuellement être sous forme de fibre.

De préférence, les fibres textiles non-PLA sont des fibres naturelles.

De préférence, le mélange de fibres textiles comprend de 0 à 30% de fibres textiles non-PLA synthétiques, préférentiellement moins de 20% de fibres textiles non-PLA synthétique, préférentiellement moins de 10% de fibres textiles non-PLA synthétique.

Par fibres naturelles, au sens de la présente invention, on entend des fibres d'origine animale ou végétale.

Par fibre textile non-PLA synthétique, au sens de la présente invention, on entend des fibres textiles produite à partir d'une matière obtenue par synthèse de composés chimiques à l'exception du PLA et de l'acide lactique, comme par exemple des fibres textiles polyamides, polyesters (exemple2).

Selon la présente invention, l'ajout de solvant du PLA pour obtenir un rapport massique entre la masse de PLA et la masse de solvant du PLA compris entre 0,06 et 0,09 à une température comprise entre 100 et 130°C permet de solubiliser des fibres textiles contenant du PLA sans dégrader les fibres textiles non-PLA.

En effet, les autres polymères contenus dans le mélange de fibres textiles non-PLA, constituant les tierces fibres textiles sont sensibles à l'hydrolyse et/ou à l'alcoolyse. Si ces tierces fibres textiles polymère entrent dans le milieu réactionnel de dépolymérisation à savoir de l'étape de traitement pour récupérer l'acide lactique de la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes, leur structure moléculaire sera altérée et par conséquent leurs propriétés physico-chimiques qui les rendent propre à des applications textiles aussi. En les récupérant rapidement, après dissolution du PLA via un procédé de séparation solide/liquide, mais avant le traitement pour récupérer l'acide lactique (dépolymérisation du PLA), leurs propriétés sont préservées et on peut envisager une nouvelle utilisation du polymère des tierces fibres textiles pour une nouvelle application textile ou autre. L'intérêt de séparer les autres fibres textiles avant la dépolymérisation selon la présente invention est donc double.



Dans un mode de réalisation, le solvant du PLA est un ester lactique, de préférence un lactate d'alkyle et particulièrement le lactate d'éthyle. Cela présente l'avantage d'obtenir une dissolution rapide et importante du PLA.

5 Dans un mode de réalisation particulier de la présente invention, le solvant du PLA utilisé pour laver les fibres textiles non-PLA après la séparation liquide solide est enrichi en PLA résiduel et est récupéré pour le soumettre à un traitement pour récupérer de l'acide lactique. Cela présente l'avantage de diminuer la quantité de PLA résiduel dans les fibres textiles non-PLA. Un autre avantage est d'augmenter la quantité de PLA dissout, ce qui conduit à l'augmentation de la quantité d'acide  
10 lactique récupéré après traitement.

Le PLA résiduel provient de PLA captif des fibres non-PLA et du PLA des fibres contenant du PLA non dissoutes.

Dans un mode de réalisation préféré de la présente invention, le traitement pour récupérer de l'acide lactique du solvant du PLA utilisé pour laver les  
15 fibres textiles non-PLA après la séparation liquide solide, enrichi en PLA résiduel et le traitement pour récupérer de l'acide lactique de la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes est effectué simultanément ou séparément. Cela présente l'avantage de diminuer les étapes de traitement si les fractions peuvent être rassemblées ou à l'inverse de traiter de manière différente les  
20 fractions comprenant du PLA dissout.

Dans un mode de réalisation préféré du procédé selon la présente invention, le solvant du PLA utilisé pour laver les fibres textiles non-PLA après la séparation liquide solide, enrichi en PLA résiduel est ajouté à la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes. Cela présente  
25 l'avantage de simplifier le procédé en rassemblant les fractions contenant du PLA dissout.

Dans un mode de réalisation préférentiel du procédé selon la présente invention, le traitement pour récupérer de l'acide lactique s'effectue soit par hydrolyse soit par alcoolyse de la solution du solvant du PLA et des fibres textiles  
30 contenant du PLA dissoutes formant une solution de solvant du PLA contenant du PLA en solution. Cela présente l'avantage de récupérer de l'acide lactique avec un haut rendement par rapport à la quantité de PLA dissous initial.

Dans un mode de réalisation particulier du procédé selon la présente invention, la séparation liquide/solide est une filtration ou une extraction liquide/solide et s'effectue de préférence dans un filtre presse, préférentiellement dans un filtre à piston, un filtre à tamis, un filtre à cuve, un filtre à cadres, un filtre monoplaques, un  
5 filtre Nutsche, un filtre à disques un filtre à tambour rotatif à couteau ou à bande sortante, un filtre à tambour rotatif à précouche, un filtre à bande, un filtre à plans horizontaux ou un filtre à godets, à une température comprise entre 20 et 80°C. Cela permet de séparer la matière solide de la matière liquide avec le maximum d'efficacité. Étant donné que la majorité du PLA se trouve sous forme dissoute dans  
10 la matière liquide, il est important de récupérer un maximum de ce liquide afin de pouvoir d'une part obtenir des fibres textiles non-PLA les moins contaminés par du PLA résiduel et d'autre part de former un maximum d'acide lactique à partir du traitement de la matière liquide contenant le PLA dissous.

Dans un mode de réalisation avantageux selon la présente invention,  
15 les fibres textiles non-PLA récupérée sont soumises à un traitement de fibres textiles non PLA avant d'être recardées et refilees comprenant un rinçage des fibres textiles non PLA agencé pour éliminer du solvant résiduel, à l'aide d'une solution aqueuse et un séchage des fibres textiles non PLA rincées. Le rinçage à l'aide d'une solution aqueuse permet de nettoyer les fibres textiles non-PLA en éliminant le solvant résiduel  
20 utilisé pour dissoudre le PLA. Ce rinçage combiné à un séchage permet d'obtenir dans certains cas une fine poudre comprenant du PLA. Cette poudre pourra par la suite être isolée permettant d'obtenir des fibres textiles non-PLA purifiées pouvant être recardées et refilees.

Dans un mode de réalisation préférentiel selon la présente invention, le  
25 traitement des fibres textiles non-PLA comprend en outre une étape de récupération de PLA résiduel sous forme de poudre, formé durant le rinçage et séchage des fibres textiles non-PLA, par exemple par sonication, vibration, criblage, mise en mouvement, trituration, et analogue. Cela présente l'avantage d'augmenter la quantité de PLA récupérée durant le procédé. Ce PLA pour par la suite être traité, par exemple en le  
30 dissolvant dans un solvant du PLA et engagé dans une étape de traitement pour récupérer de l'acide lactique.

Avantageusement, selon la présente invention, le procédé comprend en outre, une étape de décontamination du mélange de fibres textiles avant

l'introduction du solvant du PLA au mélange de fibres textiles. Cela présente l'avantage de réduire les contaminants éventuels et de ne traiter qu'un mélange de fibre textiles comprenant des fibres textiles non-PLA et des fibres textiles contenant du PLA. Une étape de décontamination peut être, par exemple, un lavage dans une solution aqueuse.

De manière préférentielle, selon la présente invention, la décontamination du mélange de fibres textiles consiste à effectuer entre 3 et 12 lavages de matières textiles, plus particulièrement de 3 à 10 lavages, de préférence entre 8 et 10 lavages, dans une eau à une température comprise entre 30 et 40°C, plus particulièrement à une température d'environ 35°C. Dans le cas du recyclage de textile, une ou plusieurs étapes de lavages peuvent être nécessaire avant de procéder au recyclage du PLA. Il est possible que des contaminants soient soluble dans le solvant du PLA et perturbent l'étape de traitement pour récupérer de l'acide lactique. Il est donc avantageux de procéder à une décontamination du mélange de fibres textiles. Il est apparu qu'il peut être nécessaire d'effectuer plusieurs lavages pour obtenir un mélange de fibres textiles décontaminés.

Dans un mode de réalisation préférentiel du procédé selon la présente invention, un ou plusieurs des 3 à 12 lavages, plus particulièrement des 3 à 10 lavages, de préférence des entre 8 et 10 lavages, est effectué dans une eau comprenant un détergent. La présence d'un détergent permet la solubilisation de contaminant qui ne sont pas soluble dans l'eau. L'utilisation de détergent permet de réduire de manière avantageuse la quantité de contaminants dans le mélange de fibres textiles. Les résidus de détergent éventuels peuvent être éliminés par un lavage dans une eau ne comprenant pas de détergent.

Dans un mode de réalisation préféré selon la présente invention, le procédé comprend en outre, une étape de séchage du mélange de fibres textiles décontaminé, avant l'introduction du solvant du PLA au mélange de fibres textiles. Cela est avantageux car la présence d'eau lors de la dissolution des fibres contenant du PLA peut entraîner la formation d'acide lactique. La présence d'acide lactique diminue le rendement lors de l'étape de traitement pour récupérer de l'acide lactique. Il a été constaté que l'étape de séchage doit avantageusement être réalisée quelle que soit la composition chimique des fibres textiles car leur nature physique est encline à emprisonner l'eau dans leur structure.

Dans un mode de réalisation préférentiel de la présente invention, le séchage du mélange de fibres textiles décontaminé est un séchage dans un sécheur à tambour à conduction externe, un séchage aéroporté, un séchage sur tapis à percussion ou à rayonnement, ou encore un séchage sur sécheur pertes diélectriques.

Plus particulièrement, selon la présente invention, l'étape de séchage du mélange de fibres textiles décontaminé s'effectue à une température comprise entre 60 et 75°C.

Avantageusement, selon la présente invention, l'étape de séchage du mélange de fibres textiles décontaminé s'effectue en atmosphère ventilée.

Dans un mode de réalisation particulier selon la présente invention, l'étape de séchage du mélange de fibres textiles décontaminé est un séchage dans un tambour à conduction externe, dans un sécheur aéroportant, dans un sécheur à tapis à percussion ou à rayonnement, ou encore dans un sécheur à pertes diélectriques.

Dans un mode de réalisation préférentiel, le procédé comprend en outre une étape de dosage du PLA dans le mélange de fibres textiles permettant d'ajuster la proportion de solvant du PLA à ajouter dans la cuve pour que le rapport massique entre la masse de PLA et la masse de solvant du PLA soit compris entre 0,06 et 0,09.

#### **Brève description des dessins**

D'autres caractéristiques, détails et avantages de l'invention ressortiront de la description donnée ci-après, à titre non limitatif et en faisant référence aux dessins et aux exemples.

La figure 1 est un spectre FTIR-ATR d'un échantillon de t-shirt contenant un mélange de fibre textile comprenant du PLA, du modal et de l'élasthanne avant d'être engagé dans le procédé selon l'invention.

La figure 2 est un spectre FTIR-ATR d'un échantillon de fibres textiles non-PLA, provenant dudit t-shirt, récupérées à la fin du procédé selon l'invention.

Ces spectres sont analysés à l'exemple 5.

### DESCRIPTION DÉTAILLÉE D'UN MODE DE RÉALISATION PRÉFÉRÉ

Afin de gérer la fin de vie des vêtements en matière textile avec efficacité, et assurer un rendement en recyclage très élevé, de préférence supérieur à 90% des textiles à traiter, la Demanderesse a mis au point un procédé unique  
5 comportant une isolation des fibres contenant du PLA, des autres fibres, et un traitement des fibres résiduelles non endommagées afin de les réutiliser pour une nouvelle filature.

Dans le cadre de la gestion de fin de vie des vêtements en matière textile, on peut dire, qu'au cours du temps les propriétés mécaniques des fibres des  
10 vêtements vont se détériorer et le vêtement perdra de sa tenue et de son lustre. Lorsque son aspect ne plaira plus au client soit en raison de cette détérioration soit en raison d'un effet de mode, il sera virtuellement arrivé en fin de vie.

Un des avantages du procédé de l'invention réside dans le fait qu'au départ il est conçu pour traiter tous les types de fibres sans nécessiter un tri préalable.

15 On introduit dans une cuve tous les vêtements à traiter pour les soumettre à une étape de décontamination.

La première étape de son recyclage permet d'enlever les divers contaminants qui restent accrochés à la fibre textile, comme les résidus de plusieurs colorations antérieures ; on a également aussi des oligomères ou trimères résiduels  
20 qu'il est avantageux de retirer avant traitement ultérieur.

Selon le procédé de l'invention, la décontamination des textiles s'effectue plus particulièrement en réalisant de 3 à 12 lavages, de préférence de 3 à 10 lavages, parfois de 3 à 8 ou de 8 à 10 lavages, plus particulièrement 10 dans la  
25 forme de réalisation décrite ici, des textiles. Au moins un lavage est effectué, de préférence au moins 3, plus particulièrement au moins 5, voire 8, encore plus particulièrement tous les lavages sont effectués dans une eau à une température comprise entre 30 et 40 °C, de préférence 35 °C. Au moins un lavage est effectué, de préférence au moins 3, plus particulièrement au moins 5, voire 8, encore plus particulièrement tous les lavages sont effectués dans une eau contenant un  
30 détergent usuel, et ensuite un séchage sous flux d'air chaud à une température comprise entre 35 et 45 °C de préférence 40 °C. Cependant, cette étape de

décontamination peut également être réalisée par n'importe quel autre procédé connu comme celui décrit dans le US6844307.

Le produit décontaminé ainsi récupéré va être soumis à une étape pour isoler les fibres des textiles contenant du PLA, par dissolution dans un solvant dérivé de l'acide lactique, de préférence un ester lactique, plus particulièrement un lactate d'alkyle et plus préférentiellement du lactate d'éthyle.

Après récupération de la solution d'ester lactique, les fibres textiles résiduelles sont versées dans une cuve munie d'un système d'extraction liquide/solide, comme par exemple, un filtre et un piston afin d'exercer une action de « presse », tandis que la solution dans l'ester lactique peut être traitée selon des procédés connus afin de retrouver l'acide lactique (dépolymérisation par hydrolyse). Le rendement de la réaction d'hydrolyse est de l'ordre de 98% ce qui signifie que l'on perd très peu et que l'on peut refaire des fibres sans pratiquement perdre quoi que ce soit du monomère de base.

Cette étape permet la séparation des fibres PLA des diverses fibres qui pourraient avoir été mélangées au PLA pour la confection du textile recyclé, sans impacter leur nature chimique ni leurs propriétés physiques à l'exception des fibres dites élasthanne (fibres textiles composées au moins à 80% en masse de polyuréthane).

Le système d'extraction liquide/solide permet de séparer les fibres textiles non PLA du solvant d'ester d'acide lactique contenant le PLA en solution. Le système d'extraction liquide/solide est de préférence un système d'extraction liquide/solide sous presse, plus particulièrement un système comprenant un filtre et un piston. Ce système applique une force de pression à l'aide d'un piston équipé d'un filtre, qui empêche les fibres non-solubles à migrer vers la phase liquide. Ainsi, nous obtenons une phase liquide qui est essentiellement solvant dérivé lactique et du PLA dissous dedans, et une phase solide contenant les fibres résiduelles de l'action de presse appelées « gâteau ».

La filtration exercée sur les fibres est conduite à une température comprise entre 20 et 80°C à l'aide d'un filtre à piston, de préférence de type Nutsche ou de tout autre procédé de filtration similaire comme décrit précédemment, exerçant une pression afin de séparer le solide du liquide, et connu en soi de l'homme

de l'art. Plusieurs dissolutions suivies de filtrations successives permettent alors d'optimiser le rendement et enlever tout résidu de PLA dissous.

Les fibres textiles filtrées sont ensuite rincées pour éviter tout résidu de solvant. Après être cardée pour éliminer toutes impureté aux fibres courtes, le voile obtenu pourra être filé pour recréer du fil et mis en œuvre sous la forme de textile adéquat aux propriétés des fibres filtrées.

Le rendement de cette opération est proche de 96 % ce qui montre l'avantage du procédé qui permet de récupérer pratiquement 100 % à la fois sous forme de fibres réutilisables et de monomère.

## 10 **EXEMPLES.-**

### **EXEMPLE 1.-**

Soit deux vêtements propres de deux compositions différentes : l'un est composé de 50/50% cachemire/PLA que nous allons appeler mélange 1 et un deuxième de 47/47/6 % viscose/PLA/élasthane que nous allons appeler mélange 2. Les deux vêtements ont été effilochés préalablement à la filtration, et représentent chacun une masse de 75 g. Les effilochés des deux vêtements ont été séparément mis en solution dans un volume de 500 ml de lactate d'éthyle, à 120 °C.

Le ratio masse PLA/lactate d'éthyle des deux mélanges sont de 0.075 et 0,08, pour les mélanges 1 et 2 respectivement. La dissolution du PLA est complète après 1 heure.

Au moyen d'une presse équipée d'un piston, préalablement chauffée, la solution de lactate d'éthyle contenant le PLA dissous est pressée hors du reste des fibres. Le résidu des fibres est rincé avec du lactate d'éthyle à 120°C et filtré une seconde fois. Les résultats sont montrés au tableau 1.-

25 **Tableau 1.-**

Mélange	Etape	Masse résidu (g)	Masse PLA filtré (g)	Rendement en PLA (%)
<b>50/50% cachemire/PLA</b>	Première filtration	46,91	28,15	75

	Deuxième filtration	40,53	6,38	92
<b>47/47/6%</b> <b>viscose/PLA/élasthane</b>	Première filtration	45,75	29,24	83
	Deuxième filtration	41,37	4,39	95

Les fibres de cachemire sont séchées et le PLA restant apparaît sous forme de fine poudre blanche. Un nettoyage au moyen d'une sonde ultrason ou toute méthode de criblage connue de l'homme de l'art permet de récupérer cette

5 poudre et d'améliorer significativement le rendement de la réaction.

Les fibres de viscose après avoir été séchées laissent apparaître la même fine poudre blanche de PLA, mais semblent garder leur propriétés physique (morphologique et toucher). En revanche, les 6% initiaux d'élasthane se sont fragmentés pendant le processus, et n'ont pas pu être récupérés.

10

**EXEMPLE 2.-**

Afin de vérifier l'état morphologique des fibres post filtration, différentes fibres textiles sans contaminants ont été mises en solution dans du lactate d'éthyle à 120 °C, avec des prélèvements à 1 h puis à 4 h : coton, polyester, lin, laine, viscose, lyocell and élasthane. Des prélèvements ont été fait avant la mise en solution, après

15 une heure et après 4 heures.

Pour chaque prélèvement, les mêmes analyses ont été faites pour évaluer une possible dégradation des fibres dans le lactate d'éthyle dans les conditions de dissolution du PLA lors d'un processus de recyclage chimique par hydrolyse ou alcoololyse. Les résultats sont montrés au tableau 2.-



**Tableau 2.-**

Temps	Analyse optique – microscope à balayage électronique		FTIR		GC-MS	
	Après 1 h	Après 4 h	Après 1 h	Après 4 h	Après 1 h	Après 4 h
Coton	Aucun changement visible	Très léger début de fibrillation	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun dérivé de cellulose identifié	Aucun dérivé de cellulose identifié
Lin	Aucun changement visible	Très léger début de fibrillation	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun dérivé de cellulose identifié	Aucun dérivé de cellulose identifié
Viscose	Aucun changement visible	Très léger début de fibrillation	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun dérivé de cellulose identifié	Aucun dérivé de cellulose identifié
Lyocell	Aucun changement visible	Très léger début de fibrillation	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun dérivé de cellulose identifié	Aucun dérivé de cellulose identifié
Laine	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun dérivé protéinique identifié	Aucun dérivé protéinique identifié
Polyester	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun dérivé du polyester identifié	Aucun dérivé du polyester identifié
Élasthane	Légère dégradation de l'état de surface de la fibre	Apparition de petits trous à la surface de la fibre	Aucun changement visible	Aucun changement visible	Aucun dérivé de polyuréthane identifié	Aucun dérivé de polyuréthane identifié

A partir de ces résultats, nous pouvons confirmer que le process de filtration/séparation des fibres PLA et les autres fibres textiles permet la réutilisation et la conservation des propriétés initiales de la fibre : aspect visuel et morphologique, dimensions (longueur et diamètre), et état de surface. Hormis l'élasthane, qui a démontré une perte de qualité au bout d'une heure d'immersion dans le solvant chaud.

### **EXEMPLE 3.- : ILLUSTRATION DE L'IMPORTANCE DU SÉCHAGE**

Au départ d'un vêtement à base de PLA, nous avons découpé des lanières de 1 x 8 cm et les avons soumis à une étape de décontamination consistant en 3 lavages dans une eau à 40°C, et ensuite séché dans une étuve ventilée, à une température de 70 °C pendant 15 h. On a pris 700 g de lanières en PLA séchées qui ont été ensuite mises en solution afin qu'elles soient recyclées chimiquement (dépolymérisées), dans 700 g de lactate d'éthyle. La dissolution des fibres a été faite à 110 °C et à pression atmosphérique. Une fois le PLA dissous dans le lactate d'éthyle, le mélange a été introduit dans un réacteur de laboratoire avec 900 g d'éthanol anhydre, et 7g d'un catalyseur connu pour ce type de réaction (tin bis(2-ethylhexanoate)). Le tout a été amené à une température de 160 °C, sous une agitation de 2000 RPM, jusqu'à l'obtention d'une pression de 7 bars. La réaction a été arrêté au bout de 4 h.

Le PLA introduit au début de la réaction a été presque intégralement converti en lactate d'éthyle (dépolymérisé). Le tableau 3 montre les résultats analytiques obtenus par Chromatographie en phase gazeuse (GC) :

**Tableau 3.-: Résultats de l'analyse GC du produit de la réaction après 4**

**h.**

Temps	Eau	Ethanol	LA	Lactate d'éthyle	L2Et	L2A	L3Et	L3A	Autres
h	%	%	%	%	%	%	%	%	%
4	0,12	10,27	0,39	80,47	1,32	0,25	1,07	0,11	6,12

Nous avons obtenu 80,47 % de lactate d'éthyle à 4 h contre 30,25 % au début de la réaction. Le reste est principalement constitué d'éthanol restant de la réaction, et d'oligomères et dérivés de lactate d'éthyle.

Signification des abréviations :

- 5
- EL : lactate d'éthyle
  - LA : acide lactique
  - L2Et : dimère de lactate d'éthyle
  - L2A : dimère d'acide lactique
  - L3Et : trimère de lactate d'éthyle
- 10
- L3A : trimère d'acide lactique

La quantité d'eau limitée et contrôlée au départ montre l'effet bénéfique vu que la quantité de lactate d'éthyle convertie est très importante.

Ce mode opératoire a été répété en modifiant les quantités de PLA initiales et de lactate d'éthyle engagées dans le procédé (voir tableau 4). Ces modifications de quantités de matière n'induisent pas de changement dans le rendement de conversion du PLA en lactate d'éthyle.

**Tableau 4.- : Quantité de PLA et de lactate d'éthyle engagée dans le procédé**

Masse de PLA (g)	Masse de lactate d'éthyle (g)	Rapport massique PLA/EL
518,5	1728,5	0.3
865	1728,5	0.5
150	1545	0.1

20

**EXEMPLE 4.- : Quantité de matière récupérée après lavage et séchage.**

Un t-shirt composé intégralement de 250g de PLA a été engagé dans une étape de décontamination consistant en 8 lavages dans une eau à 35°C, l'eau

du troisième lavage comprenant également un détergent. Le t-shirt est ensuite engagé dans une étape de séchage en atmosphère ventilée à 70°C. Le t-shirt est ensuite pesé et sa masse est de 250g.

**EXEMPLE 5.- : Analyse du textile avant et après le procédé**

5 Un t-shirt contenant un mélange de fibres textile comprenant du PLA, du modal et de l'élasthanne a été analysé avant et après être engagé dans le procédé selon l'invention par analyse FTIR-ATR avec les paramètres suivants :

- Résolution : 2cm<sup>-1</sup>
- Scans d'échantillon : 64 scans (>140s)
- 10 - Scans du bruit de fond : 32 scans
- Gamme spectrale : 4000-400cm<sup>-1</sup>

L'ensemble d'échantillons est analysé à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) avec une fenêtre de réflectance totale atténuée (ATR) pour obtenir des données d'absorbance FTIR-ATR. Les procédés décrits utilisent un spectromètre tel qu'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) avec une fenêtre de réflectance totale atténuée (ATR). Pendant toutes les mesures d'absorbance FTIR-ATR, chaque échantillon est pressé contre la fenêtre ATR avec une pression suffisante pour assurer un contact intime entre l'échantillon et la fenêtre ATR. Une pression suffisante pour déformer l'échantillon augmentera l'étendue du contact de l'échantillon avec la fenêtre ATR et entraînera une bonne absorbance FTIR-ATR de l'échantillon.

Les spectres d'analyse FTIR-ATR d'un échantillon dudit t-shirt avant et après le procédé se trouvent en figure 1 et figure 2 respectivement. La description des pics se trouve dans le tableau 5.

25 **Tableau 5.- : Pics principaux lors des analyses FTIR-ATR avant et après le procédé.**

Echantillon	Intensité du pic (cm <sup>-1</sup> )	Type de liaison	Origine
T-shirt avant le procédé	1750	C=O ester	PLA
	3327	Elongation -OH	Modal

	2884	Elongation C-H	Modal
	1359	Flexion -CH	Modal
	1041	Elongation C-O	Modal
T-shirt après le procédé	1757	C=O ester	Lactate d'éthyle
	3329	Elongation -OH	Modal
	2981	Elongation C-H	Modal
	1363	Flexion -CH	Modal
	1196	Flexion -OH	Modal
	1157	Elongation C-O-C	Modal

Le procédé selon l'invention a permis de récupérer plus de 95% du PLA se trouvant initialement dans le t-shirt et plus de 95% des fibres textiles non-PLA composant le t-shirt.

#### **EXEMPLE COMPARATIF.-**

5 Nous avons procédé de la même manière que dans l'exemple 3 pour recycler chimiquement un vêtement à base de PLA. Or, cette fois ci le vêtement n'a pas été séché. Nous avons dissous 700 g de lanières en PLA non séchées dans 700 g de lactate d'éthyle. Une fois dissous, le mélange a été introduit dans un réacteur de laboratoire, avec 900 g d'éthanol anhydre, et 7 g de catalyseur. Les paramètres de

10 la réaction ont été les mêmes que l'exemple précédent. Au bout de 4 heures, nous avons arrêté la réaction, et le produit obtenu a été analysé également par GC. Les résultats sont présentés dans le tableau 6.-

**Tableau 6.- : Résultats de l'analyse GC du produit de la réaction après 4****h.**

Temps	Eau	Ethanol	LA	Lactate d'éthyle	L2Et	L2A	L3Et	L3A	Autres
h	%	%	%	%	%	%	%	%	%
4	2,81	15,76	0,42	67,11	5,56	1,28	0,57	0,27	8,03

Nous avons 67,11 % de lactate d'éthyle à 4 h contre 30,25 % au début de la réaction. Le reste est principalement constitué d'éthanol restant de la réaction, et d'oligomères et dérivés de lactate d'éthyle.

Nous en déduisons que les rendements à la suite du recyclage chimique sont bien supérieurs lorsque le textile initial, ici PLA, a été séché préalablement.

Le traitement des fibres textiles non-PLA récupérées en fin de procédé peut comprendre, de manière optionnelle, une séparation des différentes fibres en fonction de leur nature.

Les fibres textiles non-PLA récupérées en fin de procédé gardent leurs propriétés physico-chimiques, même après dissolution des molécules de PLA.

Il est possible de séparer les fibres textiles non-PLA lors de l'étape de récupération des fibres textiles non-PLA. Il est possible, par exemple si ces fibres textiles non-PLA comprennent du polyester et des fibres naturelles, d'engager ces fibres textiles non-PLA dans un procédé de dissolution et de dépolymérisation dudit polyester, en suivant par exemple l'enseignement de US2021/0261748. Il est également possible de ne pas séparer les fibres textiles non-PLA récupérées lors de l'étape de récupération. Ce mélange de fibres textiles non-PLA peut alors être utilisés pour des applications où la pureté des fils n'est pas requise, tel que du bourrage de matelas ou de l'isolation.

D'autres formes de réalisation sont décrites dans les revendications annexées.

Il est bien entendu que la présente invention n'est en aucune façon limitée aux formes de réalisations décrites ci-dessus et que bien des modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre des revendications annexées.

## REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement d'un mélange de fibres textiles comprenant des fibres textiles non-PLA et des fibres textiles contenant du PLA, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 5
- Introduire le mélange de fibres textiles dans une cuve
  - Introduire dans cette cuve un solvant du PLA en quantité prédéterminée, à une température comprise entre 100 et 130°C pour former d'une part une solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes, et d'autre part du PLA non dissout et des fibres textiles non-PLA en

10 suspension

    - Laver les fibres textiles non-PLA au moyen du solvant du PLA,
    - Récupérer la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes pour la soumettre à un traitement pour récupérer de l'acide lactique, et

15

    - Récupérer les fibres textiles non-PLA pour les traiter pour les recarder et les refilet

dans lequel le solvant du PLA en quantité prédéterminée est ajouté de telle manière que le rapport massique entre la masse de PLA et la masse de solvant du PLA soit compris entre 0,05 et 0,6, le procédé comprenant en outre l'étape

20 suivante :

- Séparer les fibres textiles non-PLA et les fibres textiles contenant du PLA non dissoutes de la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes par séparation liquide/solide pour récupérer d'une part les fibres textiles non PLA et les fibres textiles contenant du PLA non dissoutes et d'autre
- 25 part la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le solvant du PLA est un ester lactique, de préférence un lactate d'alkyle et particulièrement le lactate d'éthyle.

- 30
3. Procédé selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le solvant du PLA utilisé pour laver les fibres textiles non-PLA après la séparation liquide solide est enrichi en PLA résiduel et est récupéré pour le soumettre à un traitement pour récupérer de l'acide lactique.



4. Procédé selon la revendication 3, dans lequel le traitement pour récupérer de l'acide lactique du solvant du PLA utilisé pour laver les fibres textiles non-PLA après la séparation liquide solide, enrichi en PLA résiduel et le traitement pour récupérer de l'acide lactique de la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes est effectué simultanément ou séparément.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 ou 4, dans lequel le solvant du PLA utilisé pour laver les fibres textiles non-PLA après la séparation liquide solide, enrichi en PLA résiduel est ajouté à la solution formée du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le traitement pour récupérer de l'acide lactique s'effectue soit par hydrolyse soit par alcoololyse de la solution du solvant du PLA et des fibres textiles contenant du PLA dissoutes formant une solution de solvant du PLA contenant du PLA en solution.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'en ce que la séparation liquide/solide est une filtration ou une extraction liquide/solide et s'effectue de préférence dans un filtre presse, préférentiellement dans un filtre à piston, un filtre à tamis, un filtre à cuve, un filtre à cadres, un filtre monoplaques, un filtre Nutsche, un filtre à disques un filtre à tambour rotatif à couteau ou à bande sortante, un filtre à tambour rotatif à précouche, un filtre à bande, un filtre à plans horizontaux ou un filtre à godets, à une température comprise entre 20 et 80°C.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les fibres textiles non-PLA récupérée sont soumises à un traitement de fibres textiles non PLA avant d'être recardées et refilees comprenant un rinçage des fibres textiles non PLA agencé pour éliminer du solvant résiduel, à l'aide d'une solution aqueuse et un séchage des fibres textiles non PLA rincées.

9. Procédé selon la revendication 8, dans lequel le traitement des fibres textiles non-PLA comprend en outre une étape de récupération de PLA résiduel sous forme de poudre, formé durant le rinçage et séchage des fibres textiles non-PLA, par exemple par sonication, vibration, criblage, mise en mouvement, trituration, et analogue.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes comprenant en outre, une étape de décontamination du mélange de fibres textiles avant l'introduction du solvant du PLA au mélange de fibres textiles.

5 11. Procédé selon la revendication 10, dans lequel, la décontamination du mélange de fibres textiles consiste à effectuer entre 3 et 12 lavages de matières textiles, plus particulièrement de 3 à 10 lavages, de préférence entre 8 et 10 lavages, dans une eau à une température comprise entre 30 et 40°C, plus particulièrement à une température d'environ 35°C.

10 12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel un ou plusieurs des 3 à 12 lavages, plus particulièrement des 3 à 10 lavages, de préférence des entre 8 et 10 lavages, est effectué dans une eau comprenant un détergent.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, comprenant en outre, une étape de séchage du mélange de fibres textiles décontaminé, avant l'introduction du solvant du PLA au mélange de fibres textiles.

15 14. Procédé selon la revendication 13, dans lequel le séchage du mélange de fibres textiles décontaminé est un séchage dans un sècheur à tambour à conduction externe, un séchage aéroporté, un séchage sur tapis à percussion ou à rayonnement, ou encore un séchage sur sècheur pertes diélectriques.

20 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 ou 14, dans lequel l'étape de séchage du mélange de fibres textiles décontaminé s'effectue à une température comprise entre 60 et 75°C.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 15 dans lequel l'étape de séchage du mélange de fibres textiles décontaminé s'effectue en atmosphère ventilée.

25 17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 16, comprenant en outre une étape de réduction de taille du mélange de fibres textiles avant ou après l'étape de décontamination ou encore après l'étape de séchage, de préférence la réduction de taille du mélange de fibres textiles est choisie parmi une densification mécanique, comme par exemple, une découpe par coupeuse guillotine. un broyage, un émottage, une extrusion, un émiettement, un boudinage, 30 une granulation, un effilochage.

18. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre une étape de dosage du PLA dans le mélange de fibres textiles.

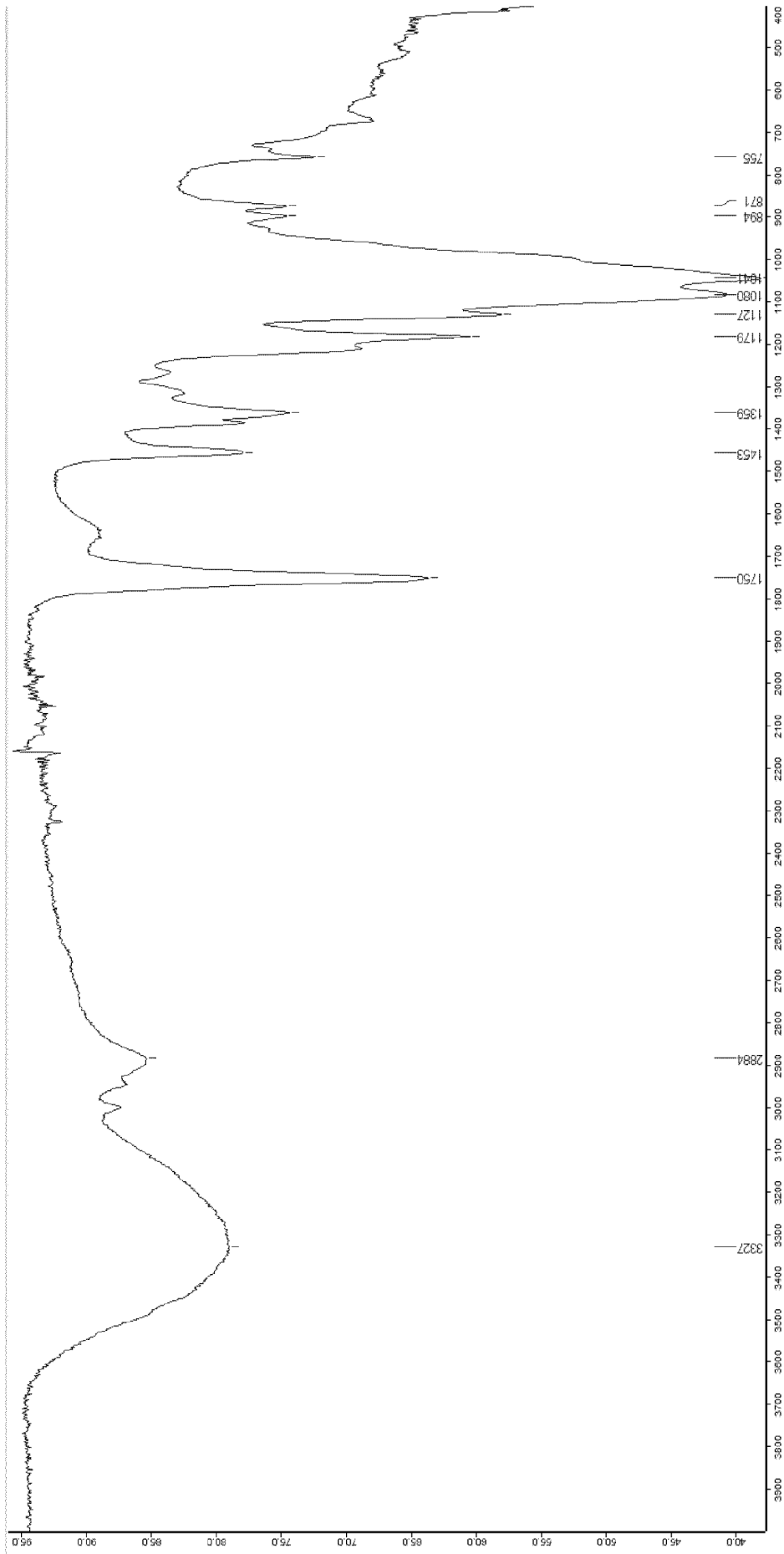


Figure 1.

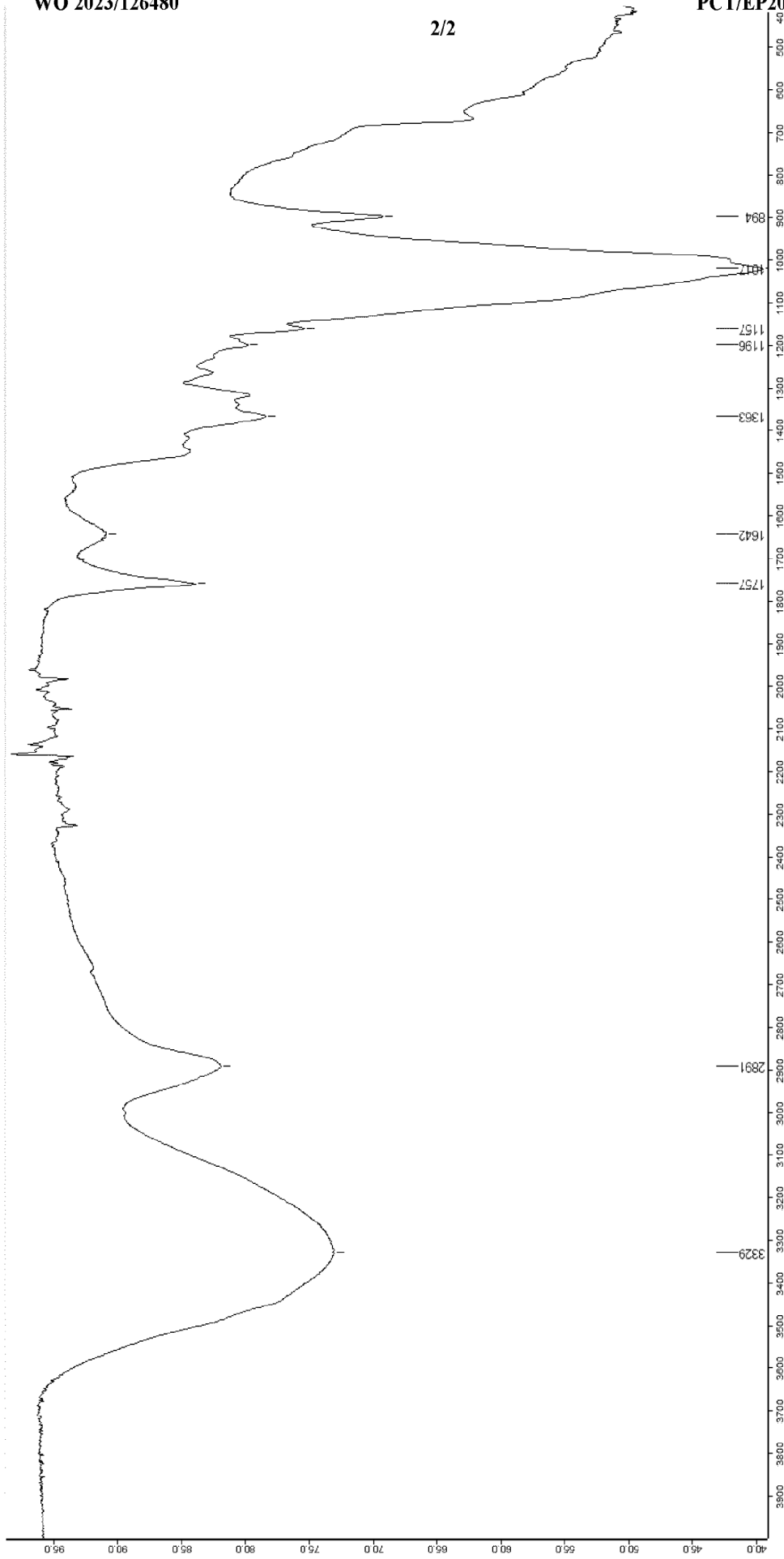


Figure 2.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/EP2022/088010****A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER***C07C 51/09*(2006.01)i; *C07C 59/08*(2006.01)i; *C08J 11/08*(2006.01)i; *C08J 11/14*(2006.01)i; *C08J 11/24*(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C; C08J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2010118954 A1 (GALACTIC SA [BE]; COSZACH PHILIPPE [BE] ET AL.) 21 October 2010 (2010-10-21) claim 1 page 8, paragraph 19 - line 21 page 13, line 7 - page 14, line 13 page 14, line 24 - page 15, line 24	1-18
A	US 2021261748 A1 (GUO ZENGWEI [SE]) 26 August 2021 (2021-08-26) claims 1,13 paragraph [0051]	1-18

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

**07 April 2023**

Date of mailing of the international search report

**17 April 2023**

Name and mailing address of the ISA/EP

**European Patent Office**  
**p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk**  
**Netherlands**

Telephone No. (+31-70)340-2040

Facsimile No. (+31-70)340-3016

Authorized officer

**Costantini, Nicola**

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.

**PCT/EP2022/088010**

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2010118954	A1	21 October 2010	AU	2010237248	A1	18 August 2011
				BE	1018716	A3	05 July 2011
				BR	PI1013327	A2	29 March 2016
				CN	102348673	A	08 February 2012
				EP	2419395	A1	22 February 2012
				JP	5770162	B2	26 August 2015
				JP	2012523442	A	04 October 2012
				KR	20120012810	A	10 February 2012
				US	2012142958	A1	07 June 2012
				WO	2010118954	A1	21 October 2010
US	2021261748	A1	26 August 2021	CN	110573561	A	13 December 2019
				CN	114479175	A	13 May 2022
				EP	3363852	A1	22 August 2018
				EP	3583162	A1	25 December 2019
				RU	2019128128	A	22 March 2021
				US	2020157307	A1	21 May 2020
				US	2021261748	A1	26 August 2021
				WO	2018150028	A1	23 August 2018

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°  
**PCT/EP2022/088010**

<b>A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE</b>		
INV. <b>C07C51/09</b>	<b>C07C59/08</b>	<b>C08J11/08</b>
<b>C08J11/14</b>	<b>C08J11/14</b>	<b>C08J11/24</b>
<b>ADD.</b>		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
<b>B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE</b>		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) <b>C07C C08J</b>		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) <b>EPO-Internal, WPI Data</b>		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS</b>		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
<b>X</b>	<b>WO 2010/118954 A1 (GALACTIC SA [BE]; COSZACH PHILIPPE [BE] ET AL.) 21 octobre 2010 (2010-10-21) revendication 1 page 8, alinéa 19 - ligne 21 page 13, ligne 7 - page 14, ligne 13 page 14, ligne 24 - page 15, ligne 24 -----</b>	<b>1-18</b>
<b>A</b>	<b>US 2021/261748 A1 (GUO ZENGWEI [SE]) 26 août 2021 (2021-08-26) revendications 1,13 alinéa [0051] -----</b>	<b>1-18</b>
<input type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <span style="margin-left: 200px;"><input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe</span>		
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale	
<b>7 avril 2023</b>	<b>17/04/2023</b>	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Fonctionnaire autorisé  <b>Costantini, Nicola</b>	

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

**PCT/EP2022/088010**

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
<b>WO 2010118954 A1</b>	<b>21-10-2010</b>	<b>AU 2010237248 A1</b>	<b>18-08-2011</b>
		<b>BE 1018716 A3</b>	<b>05-07-2011</b>
		<b>BR PI1013327 A2</b>	<b>29-03-2016</b>
		<b>CN 102348673 A</b>	<b>08-02-2012</b>
		<b>EP 2419395 A1</b>	<b>22-02-2012</b>
		<b>JP 5770162 B2</b>	<b>26-08-2015</b>
		<b>JP 2012523442 A</b>	<b>04-10-2012</b>
		<b>KR 20120012810 A</b>	<b>10-02-2012</b>
		<b>US 2012142958 A1</b>	<b>07-06-2012</b>
		<b>WO 2010118954 A1</b>	<b>21-10-2010</b>
-----			
<b>US 2021261748 A1</b>	<b>26-08-2021</b>	<b>CN 110573561 A</b>	<b>13-12-2019</b>
		<b>CN 114479175 A</b>	<b>13-05-2022</b>
		<b>EP 3363852 A1</b>	<b>22-08-2018</b>
		<b>EP 3583162 A1</b>	<b>25-12-2019</b>
		<b>RU 2019128128 A</b>	<b>22-03-2021</b>
		<b>US 2020157307 A1</b>	<b>21-05-2020</b>
		<b>US 2021261748 A1</b>	<b>26-08-2021</b>
		<b>WO 2018150028 A1</b>	<b>23-08-2018</b>
-----			