

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑰ Numéro de dépôt: **89402009.8**

⑸ Int. Cl.⁵: **C 01 B 25/41**

⑱ Date de dépôt: **13.07.89**

⑳ Priorité: **20.07.88 FR 8809794**

④③ Date de publication de la demande:
24.01.90 Bulletin 90/04

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

⑦① Demandeur: **RHONE-POULENC CHIMIE**
25, quai Paul Doumer
F-92408 Courbevoie Cédex (FR)

⑦② Inventeur: **Joubert, Daniel**
Route du Stade Reyrieux
F-01600 Trevoux (FR)

Jost, Philippe
Rue de la Cordonnerie
F-69440 Taluyers (FR)

⑦④ Mandataire: **Fabre, Madeleine-France et al**
RHONE-POULENC CHIMIE Service Brevets Chimie 25,
quai Paul Doumer
F-92408 Courbevoie Cédex (FR)

⑤④ **Nouveau tripolyphosphate de sodium pour formulations détergentes liquides.**

⑤⑦ La présente invention concerne un nouveau tripolyphosphate de sodium ayant une teneur en eau comprise entre 0,8 et 6 % sous forme de cristaux d'hexahydrate et contenant 0,2 à 2 % en poids de silicate. Ce tripolyphosphate est utilisé pour la formulation de compositions détergentes.

Description

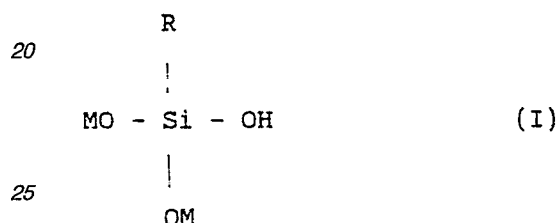
NOUVEAU TRIPOLYPHOSPHATE DE SODIUM POUR FORMULATIONS DETERGENTES LIQUIDES

La présente invention concerne un nouveau tripolyphosphate de sodium spécialement adapté à la préparation de formules détergentes liquides.

5 Parmi les brevets décrivant des builders spéciaux pour la mise en oeuvre dans des compositions liquides, on peut citer la demande de brevet européen 178 989 qui décrit un tripolyphosphate de sodium contenant au moins 50 % de phase 1, une granulométrie moyenne comprise entre 130 et 250 microns, une teneur en eau comprise entre 0,4 et 4 %, cette eau étant présente sous forme de cristaux de tripolyphosphate de sodium hexahydraté ; homogènement répartis dans chaque fraction granulométrique du produit.

10 Ce tripolyphosphate était conçu pour la préparation de formulations liquides. Il présente cependant l'inconvénient lors de sa mise en oeuvre de former des grumeaux dans la solution aqueuse.

La présente invention a permis de résoudre ce problème. Elle consiste à mettre en oeuvre un nouveau tripolyphosphate de sodium constitué d'un tripolyphosphate tel que décrit dans le brevet EP 178 986 contenant au moins 50 % de phase 1 et de préférence au moins 70 %, une granulométrie moyenne comprise 15 entre 80 et 200 microns, une teneur pondérale en eau comprise entre 0,8 et 6 % sous forme essentiellement de tripolyphosphate de sodium hexahydraté et une teneur pondérale en silicate comprise entre 0,2 et 2 % calculée par rapport au tripolyphosphate. Le silicate mis en oeuvre est un composé de formule (I) suivante :



dans laquelle :

R représente un groupe méthyl ou éthyl

30 M représente un métal alcalin choisi parmi le sodium ou le potassium

On préfère que le TPP selon l'invention présente une granulométrie RRB (Rosin Ramler Benett) comprise entre 80 et 200 microns et ne présente pas plus de 0,5 % de particules supérieures à 400 microns. Il est encore préféré que sa granulométrie soit comprise entre 100 et 150 microns et sa teneur en phase 1 soit d'au moins 70 %.

35 L'usage d'un tel silicate permet de faciliter l'hydratation du tripolyphosphate en évitant la formation d'agglomérats. Il ne modifie pas les critères d'hydratation tels que le "ROH". Le "ROH" ou cinétique d'hydratation correspond aux températures atteintes après une et cinq minutes lors de l'introduction de 150g de tripolyphosphate de sodium dans un milieu constitué de 200g d'eau et 50g de sulfate, maintenu à 80°C. Plus le "ROH" est élevé, plus l'hydratation est rapide.

40 Il est particulièrement surprenant que le silicate qui permet une meilleure dispersion du tripolyphosphate dans l'eau ne provoque pas par contre une diminution du "ROH" donc une diminution de la faculté d'hydratation du tripolyphosphate. En effet, le silicate est un produit à caractère hydrophobant qui devrait avoir tendance à empêcher le contact entre l'eau et le tripolyphosphate et par conséquent devrait ralentir l'hydratation. En fait il n'en est rien, le silicate augmente la dispersion du tripolyphosphate ce qui a un effet 45 nettement plus fort que le ralentissement de l'hydratation dû à son effet hydrophobe, l'ensemble se traduit par une nette augmentation de la vitesse d'hydratation et la disparition du phénomène d'agglomération.

Le procédé de préparation de ce tripolyphosphate modifié consiste à partir d'un tripolyphosphate anhydre contenant au moins 50 % de phase 1 et présentant une granulométrie comprise entre 600 et 2500 microns à pulvériser dessus une solution aqueuse contenant en poids 5 à 50 % de silicate (matière active) et contenant éventuellement du tripolyphosphate dissous.

50 Le procédé de préparation du tripolyphosphate selon l'invention va maintenant être décrit plus précisément. On part d'un tripolyphosphate résultant d'une polycondensation unique, à une température fixée de manière que le TPP présente au moins 50 % de phase 1.

On effectue ensuite un broyage primaire grossier de ce TPP par tout moyen connu.

60 Généralement ce broyage primaire est conduit de manière à obtenir un produit présentant un diamètre moyen RRB (Rosin Ramler Benett) compris entre 600 et 2500 microns.

On préhydrate ensuite le tripolyphosphate broyé par pulvérisation sur celui-ci d'une solution aqueuse de silicate éventuellement additionnée de tripolyphosphate en suspension.

Cette éventuelle suspension est préparée par addition à de l'eau contenant le silicate d'une quantité suffisante de TPP anhydre pour être en sursaturation. De préférence, on prépare une suspension à une teneur en TPP allant de 30 à 35 % de TPP. Pour préparer ladite suspension on utilise de préférence un TPP présentant la même caractéristique d'homogénéité de répartition de la phase 1 que celle qui a été décrite plus haut pour le TPP de l'invention. Dans ces conditions, le TPP va se transformer en hexahydrate dans la suspension.

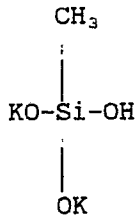
La pulvérisation se fait selon tout moyen convenable. Généralement, la quantité de suspension pulvérisée est de 2 à 6 % en poids par rapport au TPP anhydre.

A la suite de la pulvérisation, le TPP préhydraté est soumis à un broyage secondaire qui l'amène à la granulométrie du produit fini, définie par le diamètre moyen RRB, compris entre 80 et 200 microns, et un refus maximal de 0,5 % à 400microns. C'est ce broyage secondaire qui permet d'atteindre la répartition homogène des cristaux de TPP hexahydraté sur chaque fraction de population granulométrique. Le produit est ensuite soumis à une phase de mûrissement comprenant une ventilation et un refroidissement.

Le TPP hydraté et contenant le silicate est utilisé pour préparer des compositions détergentes liquides.

Exemple :

La formule du silicate utilisé est :



1/ PREPARATION DU TPP AMELIORE

A partir d'un TPP hydraté conformément au brevet européen N° 178986, nous avons réalisé les post-traitements suivants :

1 - Surhydratation par 1 % d'eau environ, par pulvérisation d'eau sur le TPP en mélangeur de laboratoire Lödige.

2 - Surhydratation par un mélange 50/50 eau-silicate commercial au même niveau, par la même technique (pulvérisateur et Lödige), ce qui correspond à environ 1 % en poids de silicate sec calculé par rapport au TPP.

Les produits, après vidange du mélangeur, mûrissent 24 heures environ sur plateau, à l'ambiante, pour cristallisation. Ils sont tamisés sur tamis de 400 µ pour éliminer toutes particules, de broyage ou d'agglomération, supérieures à cette taille.

2/ TESTS D'EVALUATION

Les deux produits obtenus (TPP précédent et TPP additionné de 1 % d'eau) sont évalués, comparativement à la référence non traitée, à deux niveaux :

1 - Test de dispersibilité "immédiate" dans l'eau

Le test de dispersibilité est le suivant :

A 150 cc d'eau permutée, à 20° C, placés dans un bécher de 250 ml, et faiblement agités par agitation magnétique, on ajoute rapidement 20 g du produit à tester. On laisse le mélange se faire pendant 20 secondes, puis on vide rapidement l'ensemble sur un tamis de 630 microns, et on évalue la quantité de TPP retenue sur le tamis. (S'il n'y a pas eu d'agglomération au contact de l'eau, le tamis ne doit rien retenir).

2 Test ROH classique

Ce deuxième point a été introduit pour vérifier si le silicate n'apporte pas un effet défavorable sur la cinétique d'hydratation dans l'eau du TPP, auquel cas il serait évidemment contre-indiqué.

3/ RESULTATS

Ils sont reportés sur le tableau récapitulatif ci-après :

EP 0 352 173 A1

	Perte 550°C	Résidus sur tamis (test dispersibilité)	ROH °C	
			1'	5'
5 TPP EP 178 986	4,65 %	Environ 18 g soit 90 % blocage agitateur (augmentation puissance)	93,6	95,5
10 TPP surhydraté (1 % eau)	5,50 %	Environ 15 g soit 15 % blocage agitateur	91,6	93,8
15 TPP + solution (eau/siliconate 50/50)	5,30 %	Environ 3 g soit 15 % pas de blocage agitateur	91,9	93,8

* Le taux de SILICONATE du siliconate 51 T® est environ de : 45 % en siliconate matière active dilué dans l'eau.

20

Revendications

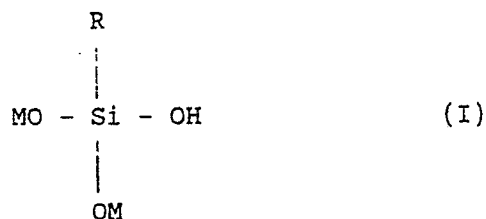
25

1. Tripolyphosphate de sodium ayant une teneur en phase 1 d'au moins 50 %, une granulométrie telle que le diamètre moyen des grains soit compris entre 80 et 200 microns, une teneur en eau comprise entre 0,8 et 6 % essentiellement sous forme de cristaux de tripolyphosphate de sodium hexahydraté, caractérisé en ce qu'il contient en plus 0,2 à 2 % en poids de siliconate, matière active.

30

2. Tripolyphosphate selon la revendication 1 caractérisé en ce que le siliconate ajouté présente la formule (I) suivante :

35



40

dans laquelle. R représente un groupe méthyl ou éthyl

. M représente un métal alcalin choisi parmi le sodium ou le potassium

45

3. Tripolyphosphate selon la revendication 1 caractérisé en ce que la teneur en phase 1 est d'au moins 70 % et la granulométrie est comprise entre 100 et 150 microns.

50

4. Procédé de préparation du tripolyphosphate de sodium selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'on pulvérise sur un tripolyphosphate de sodium contenant au moins 50 % de phase 1 présentant une granulométrie comprise entre 600 et 2500 microns une solution aqueuse contenant entre 5 et 10 % en poids de siliconate et contenant éventuellement du tripolyphosphate ; puis on broye ensuite le tripolyphosphate hydraté et contenant le siliconate de façon à ramener la granulométrie telle que le diamètre moyen soit compris entre 80 et 200 microns et que le refus au tamis ou 400 microns soit de 0,5 % au maximum.

55

5. Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce qu'on pulvérise une quantité de solution aqueuse de siliconate ou de siliconate et de tripolyphosphate comprise entre 2 et 6 % en poids par rapport au tripolyphosphate anhydre.

60

65



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
D, A	EP-A-0 178 986 (RHONE-POULENC CHIMIE DE BASE) -----		C 01 B 25/41
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 01 B 25/00
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lien de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examineur	
LA HAYE	28-09-1989	BREBION J. CH.	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			