

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑲ Numéro de dépôt: **89402010.6**

⑥ Int. Cl.⁵: **C 11 D 17/00**

⑳ Date de dépôt: **13.07.89**

③① Priorité: **20.07.88 FR 8809794**
14.11.88 FR 8814401

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

④④ 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
10, 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 **Procédé de préparation de formules liquides détergentes contenant du tripolyphosphate.**

⑤⑦ La présente invention concerne un procédé de préparation de formules détergentes liquides ne contenant pas de milieu structuré et contenant en suspension du tripolyphosphate.

Selon ce procédé, on prépare une première suspension de tripolyphosphate dans un mélange eau/polyol et une solution de tensioactifs puis on mélange la solution et la suspension.

Description

PROCEDE DE PREPARATION DE FORMULES LIQUIDES DETERGENTES CONTENANT DU TRIPOLYPHOSPHATE

La présente invention concerne la préparation de formules liquides détergentes ne contenant pas de milieu structuré.

En effet, il est connu selon les brevets EP 86614 et EP 151884 un procédé de préparation de formules détergentes liquides contenant des composés insolubles, ou partiellement solubles dans le milieu considéré, notamment des builders tels que le tripolyphosphate, les zéolithes, le carbonate de calcium, des produits abrasifs variés qui sont maintenus en suspension dans le milieu liquide par ajout d'un ou de plusieurs surfactants et d'une quantité d'électrolytes suffisante pour "organiser" le surfactant. Il est expliqué dans ces différents brevets que la quantité d'électrolytes ajoutée doit être suffisante pour relarguer le surfactant qui ainsi s'organise en une structure qualifiée selon les brevets de lamellaire ou sphérulitique. Cette structure permet de maintenir à l'intérieur de ses mailles le "builder" de préférence le tripolyphosphate, sous la forme de son hexahydrate cristallisé, et évite ainsi son dépôt au fond du flacon lessiviel au cours de périodes de stockage prolongées.

Pour savoir si la préparation formulée contient un milieu suffisamment organisé, il est nécessaire de procéder à une centrifugation dans des conditions précises et de constater dans quelle phase liquide se trouve le surfactant ou sous quelle forme il est organisé.

Les compositions répondant à ces critères permettent d'assurer une bonne stabilité de la suspension préparée.

Parmi les autres brevets très nombreux décrivant des formulations détergentes liquides non organisées, certains décrivent l'utilisation d'un builder qui est soluble dans l'eau et qui relargue le surfactant sous forme colloïdale. Ce système ne permet pas de mettre en oeuvre de grandes quantités de builder et provoque une augmentation de prix de la solution détergente due au prix très élevé des builders hydrosolubles.

Il est aussi décrit dans d'autres brevets un système différent de mise en suspension de builders peu solubles par addition de composés non fonctionnels donc onéreux.

Aucun de ces brevets ne décrit de builder insoluble, ou rendu majoritairement insoluble par transformation in-situ, spécialement conçu pour leur mise en oeuvre dans des compositions liquides détergentes.

Les compositions détergentes liquides, selon l'invention, peuvent être préparées par au moins deux méthodes de mise en oeuvre.

Selon une première méthode de préparation des compositions détergentes liquides selon l'invention, on prépare une première solution contenant un mélange eau/polyol on ajoute du tripolyphosphate puis on ajoute une quantité supplémentaire de polyol, on prépare une deuxième solution contenant les tensioactifs dans un mélange d'eau, d'alcools et de polyols et on mélange les deux solutions.

Selon une deuxième méthode de préparation de compositions détergentes liquides selon l'invention, on prépare une première suspension contenant du tripolyphosphate dispersé dans le polyol ; on prépare une deuxième solution contenant du tripolyphosphate en solution dans l'eau en dessous de sa saturation, on mélange la suspension de tripolyphosphate et la solution. On prépare une troisième solution contenant les tensioactifs mis en solution dans un mélange eau, solvant hydrotrope constitué d'un alcool ou d'un mélange d'alcool et de polyol, on mélange la suspension de tripolyphosphate et la solution de tensioactif.

Selon la première méthode de mise en oeuvre, on prépare une solution eau/polyol contenant entre 5 et 10 parts en poids de polyol pour 40 à 50 parts d'eau. Le polyol est choisi parmi le glycérol, le mono ou le diéthyléneglycol, les polyéthyléneglycols liquides. Le polyol peut éventuellement contenir un alcool linéaire éthoxylé. On ajoute ensuite entre 40 et 50 parts de tripolyphosphate, on laisse cristalliser environ 10 minutes puis on ajoute 5 à 10 parts de polyol. La quantité totale de polyol introduite varie avantageusement entre 10 et 20 % en poids. Il permet de diminuer la quantité de tripolyphosphate restant dissous en dessous de 3 grammes par litre et de faire décroître de façon très importante la force ionique du milieu.

On prépare une solution de tensioactif dans un solvant aqueux et hydrotrope qui est constitué d'un alcool ou d'un mélange d'alcool et de polyols.

Selon une deuxième méthode de mise en oeuvre, on prépare une suspension contenant le TPP (25 à 35 parts) dispersée dans le polyol (20 à 30 parts).

On prépare une deuxième solution contenant du TPP dans de l'eau en quantité inférieure à la saturation (5 à 8 parts de TPP pour 30 à 40 parts d'eau).

On mélange la suspension alcoolique de TPP avec la solution aqueuse de TPP.

Selon les deux procédés de mise en oeuvre, on verse la solution de tensioactif dans le mélange contenant le TPP préalablement préparé.

La suspension aqueuse finale contient environ en poids :

tensioactifs	20 à 25 %
TPP, 6H ₂ O	20 à 25 %
eau	10 à 40 %
alcools et polyols	15 à 40 %

Les tensioactifs sont choisis parmi :

- les tensioactifs anioniques tels que les paraffines sulfonates, les alcools sulfates, les alkylarylsulfonates, les esters phosphoriques sous forme de leurs sels de potassium ou de sodium, ou de mono, di ou triéthanolamine, les savons ayant de 12 à 18 atomes de carbone sous les mêmes formes salines.
- les tensioactifs non ioniques tels que les alcools linéaires, les alkylphénols, les acides, amides étho-

xylés.

L'invention va être plus complètement décrite à l'aide de l'exemple suivant qui ne doit pas être considéré comme limitatif de l'invention.

Exemple 1 : PREPARATION DE FORMULES DETERGENTES LIQUIDES

1ère méthode :

On prépare une suspension de TPP contenant :

Eau	18 g
Glycérol	7 g
TPP obtenu selon la demande de brevet EP 178986	25 g

Cette suspension, composée de micro-cristaux de TPP hexahydraté, est stable.

On prépare une solution de surfactant contenant :

Laurylbenzenesulfonate de sodium (exprimée en sec)	12,0 g
Non ionique (C12 60E)	3,7 g
Additifs divers (comprenant 1 % de carboxyméthylcellulose)	2,0 g
Alcools (glycérol-isopropanol)	10,0 g
Anit-mousse silicone	0,3 g
Eau	22,0 g

Après mélange de la suspension de TPP et de la solution de surfactant, on obtient une composition liquide stable.

2ème méthode :

1) Préparation de la suspension de TPP

On prépare une solution aqueuse de TPP contenant :

TPP	4,1 g
eau	20,0 g

On prépare une suspension de TPP contenant :

TPP	4,1 g
glycérol	20,0 g

On obtient une suspension alcoolique de TPP sensiblement anhydre.

On mélange la solution et la suspension de TPP anhydre, et on obtient une suspension stable de très fns cristaux de TPP 6H₂O.

2) Préparation de la solution de tensioactifs

Laurylbenzenesulfonate de sodium (sec)	9,0 g
Non ionique (C12 6 OE)	4,0 g
Glycérol	8,0 g
Isopropanol	4,0 g
Additifs divers (comprenant 1 % de carboxyméthylcellulose)	2,0 g
Anti-mousse silicone	0,3 g
Eau	12,7 g

On mélange la suspension de TPP et la solution de tensioactifs, on obtient alors une composition détergente liquide stable.

Revendications

1. Procédé de préparation de compositions détergentes liquides, caractérisé en ce que l'on prépare soit une 1ère solution (B) contenant un mélange eau/polyol à laquelle on ajoute du tripolyphosphate puis une quantité supplémentaire de polyol soit une première solution (B') issue du mélange d'une solution (A) contenant du tripolyphosphate dispersé dans le polyol et d'une solution (A') contenant du tripolyphosphate en solution dans l'eau en-dessous de sa saturation, une 2ème solution (C) contenant les tensioactifs dans un mélange d'eau, d'alcools et de polyols, puis on mélange la 1ère et 2ème solution.



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.5)
A	BE-A- 663 449 (DRACKETT CO.) * En entier * ---	1	C 11 D 17/00
A	US-A-3 368 977 (M.E. TUVELL) * En eentier * ---	1	
A	FR-A-2 395 310 (RHONE-POULENC) * En entier * ---	1	
A	GB-A-1 533 390 (SHELL) * En entier * ---	1	
A	EP-A-0 227 195 (PROCTER & GAMBLE) * En entier * -----	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 11 D
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 16-10-1989	Examineur GOLLER P.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 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			