

11) Numéro de publication:

0 437 988 A2

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

- (21) Numéro de dépôt: 90403320.6
- 22) Date de dépôt: 23.11.90

(sī) Int. Cl.⁵: **C11D 3/06**, C11D 3/16, C11D 3/37, C11D 17/00, C11D 3/42

- 3 Priorité: 08.12.89 FR 8916242
- Date de publication de la demande:24.07.91 Bulletin 91/30
- Etats contractants désignés:
 BE DE ES FR GB IT NL SE

- 71 Demandeur: RHONE-POULENC CHIMIE 25, quai Paul Doumer F-92408 Courbevoie Cédex(FR)
- // Inventeur: Joubert, Daniel
 4, Allée du Castel
 F-60500 Chantilly(FR)
 Inventeur: Csomo, Jean
 Le Saudiau, Maudec
 F-38300 Bourgouin-Jillieu(FR)
- Mandataire: Fabre, Madeleine-France et al RHONE-POULENC CHIMIE Service Brevets Chimie 25, quai Paul Doumer F-92408 Courbevoie Cédex(FR)
- © Composé lessiviel à base d'un polyphosphate et notamment d'un agent optiquement actif, son procédé de préparation et son utilisation en détergence.
- © L' invention concerne un composé lessiviel caractérisé en ce qu' il comprend un support constitué par un polyphosphate au moins partiellement hydraté, ledit polyphosphate incorporant ou supportant au moins une substance destinée à être répartie uniformément sur une pièce à laver et un produit choisi dans le groupe comprenant les siliconates, les dérivés de siliconates et les résines siliconiques.

L'invention s'applique notamment au cas où la substance précitée est choisie dans le groupe des agents optiquement actifs tels que les agents de photoblanchiment.

EP 0 437 988 A2

COMPOSE LESSIVIEL A BASE D'UN POLYPHOSPHATE ET NOTAMMENT D'UN AGENT OPTIQUEMENT ACTIF, SON PROCEDE DE PREPARATION ET SON UTILISATION EN DETERGENCE

La présente invention concerne un composé lessiviel à base de polyphosphate, d'un produit choisi dans le groupe comprenant les siliconates, les dérivés de siliconates et les résines siliconiques et d'une substance destinée à être répartie uniformément sur une pièce à laver ainsi que sa préparation. Elle concerne également l'utilisation en détergence de ce composé.

Les compositions détergentes sous la forme de poudre notamment, contiennent outre leurs constituants habituels du type builders ou tensio-actifs, de nombreux additifs tels que colorants, azurants optiques, agents de photoblanchiment, agents assouplissants, agents antiseptiques, etc...

Or généralement, ces additifs, qui fonctionnent grâce à une adsorption sur les fibres textiles, nécessitent une répartition homogène sur la pièce à laver. En effet, s'ils se localisent en des endroits particuliers sur l'article à traiter, il y a apparition, à la fin de la lessive ou après séchage de celle-ci, de taches colorées ou d'auréoles, oe qui constitue un inconvénient tout à fait rédhibitoire et ce qui entraîne en outre un abaissement des performances attendues du produit.

Or, si ces additifs sont directement incorporés dans la poudre lessivielle, cette répartition homogène est difficile à obtenir compte tenu des risques très grands de contact de l'additif avec le linge avant la dissolution de la poudre. C'est particulièrement le cas pour le lavage à la main en cuvette.

Ce cas est en effet considéré comme le plus difficile, compte tenu du contact direct de la poudre et du linge et du fait de l'utilisation de faibles volumes d'eau et des habitudes de lavage favorisant le saupoudrage de la poudre sur le linge.

Il est donc indispensable de disposer d'un moyen permettant cette répartition homogène.

De plus, accessoirement et pour des raisons commerciales, dans le cas d'additifs colorés, on cherche à obtenir un effet visuel dans la poudre lessivielle par la présence de grains colorés. Ainsi ces grains doivent être suffisamment gros pour ne pas donner une coloration uniforme de la poudre lessivielle. Cette dernière exigence augmente les risques d'une répartition localisée de l'additif coloré sur le linge.

L'objet principal de l'invention est donc un moyen ou un système rendant possible la répartition homogène d'un additif lessiviel sur l'article à laver, ceci quelque soit le type de lavage utilisé.

Un second objet de l'invention est la préparation d'un tel système.

20

35

40

Dans ce but, le composé lessiviel selon l'invention est caractérisé en ce qu'il comprend un polyphosphate au moins partiellement hydraté, ce polyphosphate incorporant ou supportant au moins une substance destinée à être répartie uniformément sur la pièce à laver et un produit choisi dans le groupe comprenant les siliconates, les dérivés de siliconates et les résines siliconiques.

Par ailleurs, le procédé de préparation du composé lessiviel consiste à mélanger au polyphosphate anhydre ou partiellement hydraté une solution aqueuse comprenant la substance et le produit précités.

Selon une variante préférée de l'invention, le procédé de préparation du composé lessiviel comprend les étapes suivantes :

- mélange du polyphosphate anhydre ou partiellement hydraté et de la substance précitée, puis addition d'eau audit mélange, cette eau pouvant au moins en partie être apportée sous la forme d'une solution aqueuse de ladite substance
- addition du produit choisi parmi les siliconates, les dérivés de siliconates et les résines siliconiques au mélange résultant de l'étape précédente et addition éventuellement d'une quantité supplémentaire d'eau, cette eau pouvant au moins en partie être apportée sous la forme d'une solution aqueuse dudit produit.

Enfin l'invention concerne une composition détergente qui est caractérisée en ce qu'elle comprend un composé lessiviel du type ci-dessus ou préparé par le procédé décrit précédemment.

Le composé lessiviel défini ci-dessus assure un relargage retardé de l'additif, et permet ainsi de diminuer les risques de contact additif - linge. Il procure de ce fait une répartition tout à fait homogène de cet additif sur le linge et ceci même pour une lessive à la main en cuvette. En outre, cette présentation de l'additif permet de conférer si nécessaire un effet visuel à la poudre lessivielle.

D'autres détails et caractéristiques apparaîtront mieux à la lecture de la description qui va suivre ainsi que des exemples concrets mais non limitatifs, relatifs à la mise en oeuvre de l'invention.

Le composé lessiviel selon l'invention est donc constitué de trois types d'éléments, à savoir un polyphosphate au moins partiellement hydraté incorporant ou supportant d'une part, au moins une substance destinée à être uniformément répartie sur une pièce à laver (appelée dans le reste de la description "la substance"), et d'autre part un produit choisi parmi les siliconates, les dérivés de siliconates et les résines siliconiques, (appelé dans le reste de la description "le produit").

Selon un mode de réalisation préférentiel de l'invention, le composé lessiviel a la structure particulière suivante :

La substance précitée est située au moins en partie à l'intérieur ou au coeur du grain formant support à base de polyphosphate. Le produit précité est lui situé au moins en partie sur la surface dudit support ou est adsorbé sur celui-ci.

Le mode de réalisation optimum est celui pour lequel toute la substance précitée est placée à l'intérieur du grain de polyphosphate et tout le produit précité sur la surface de celui-ci ou adsorbé sur celui-ci. Bien entendu, on peut envisager toute configuration intermédiaire sans sortir du cadre de la présente invention, dans laquelle une partie de la substance serait présente en surface du polyphosphate et une partie du produit serait située à l'intérieur de celui-ci.

Par ailleurs, le support à base de polyphosphate peut être composé de pyrophosphate ou de tripolyphosphate. Toutefois, dans le cadre de l'invention, on préfère utiliser le tripolyphosphate (TPP).

De plus, le polyphosphate du composé selon l'invention est au moins partiellement hydraté, c'est-à-dire qu'il présente un taux d'hydratation d'au moins 8% en poids.

Plus particulièrement, ce taux d'hydratation est d'au moins 10%, de préférence d'au moins 15% et notamment compris entre 15 et 18%. Cette hydratation résulte du procédé de préparation du composé. Comme cela sera décrit plus loin, c'est cette eau d'hydratation qui permet d'introduire la substance au coeur du support.

Avantageusement, le support doit avoir une densité comprise entre 0,4 et 0,8 et de préférence comprise entre 0,6 et 0,8.

En effet, avec une densité supérieure à 0,8, le polyphosphate et notamment le TPP, sous forme de particules, absorbe très difficilement l'eau, ce qui gêne par conséquent l'introduction par l'intermédiaire de l'eau, de la substance au coeur des particules, et cela en quantité suffisante.

Par contre, si la densité du support est inférieure à 0,4, le composé est difficilement manipulable. En outre, il est intéressant d'avoir une densité d'au moins 0,6 afin d'obtenir une résistance à l'attrition suffisante pour éviter un poussiérage du composé selon l'invention et par conséquent une coloration uniforme de la poudre lessivielle.

En ce qui concerne la granulométrie du polyphosphate et notamment du TPP, on utilise généralement des particules dont la taille moyenne est comprise entre 200µm et 800µm, et de préférence comprise entre 600µm et 700µm. Cette granulométrie est recommandée pour obtenir l'effet optique décrit plus haut, lorsque la substance précitée est colorée.

Une autre caractéristique préférentielle de l'invention dans le cas d'un support en TPP est que celui-ci se présente sous la forme de phase 1.

Enfin, on préfère utiliser un polyphosphate alcalin. Plus particulièrement le TPP de sodium est retenu comme support selon l'invention.

Généralement, la teneur en polyphosphate est comprise entre 78 et 91,8% en poids, exprimé en polyphosphate anhydre et par rapport au poids total du composé lessiviel.

Un autre constituant du composé lessiviel selon la présente invention est la substance destinée à être répartie uniformément sur une pièce à laver. Il est entendu que le composé de l'invention peut comprendre en même temps plusieurs substances de ce type. Ladite substance peut être en particulier un agent optiquement actif. Cet agent peut être choisi dans le groupe des azurants optiques, des agents de photoblanchiment, et des colorants.

Ainsi, dans le groupe des azurants optiques, pour tissus en coton, polyamides et polyesters, on peut citer à titre d'exemples non limitatifs des compositions de stilbène, triazole et benzidine-sulfone, notamment le triazinyl-stilbène substitué sulfoné, le naphtotriazole-stilbènesulfoné, la benzidine-sulfone, etc..., les plus appréciés étant des combinaisons de stilbène et de triazole.

En tant qu'agents de photoblanchiment, on peut citer entre autres les dérivés de porphines mais aussi les composés décrits dans la demande de brevet français FR-A- 2 564 481 au nom de RHONE-POULENC CHIMIE DE BASE dont l'enseignement est incorporé ici dans la présente description et correspondant aux sels ou disels solubles dans l'eau de l'acide répondant à la formule générale (1) suivante :

15

10

5

et dont les atomes d'hydrogène portés par les carbones repérés 1 à 8 peuvent être substitués notamment par des atomes de Cl, Br et I.

Parmi ces produits, on peut citer par exemple l'éosine "Yellow", mais aussi la dibromo-1,2 fluoresceine, c'est-à-dire le sel ou le disel dibromé de formule (1), la dibromo-3,4 fluoresceine, la phloxine c'est-à-dire la tétrabromo-1,2,3,4 tétrachloro-5,6,7,8 fluoresceine, la diodo-1,2 fluoresceine, la diodo-3,4 fluoresceine et la tétraiodo-1,2,3,4 tétrachloro-5,6,7,8 fluoresceine ou "Rose Bengale".

Dans le groupe des colorants utilisables en tant que constituants du composé lessiviel selon l'invention, on peut citer par exemple le E 100 (curcumine), le E 102 (tartrazine), le E 120 (cochenille), le E 123 (amarante), le E 127 (érythrosine), le E 131 (bleu patenté), le E 132 (indigotine), le E 140 (chlorophylles).

Plus particulièrement, à titre de substance selon l'invention, appartenant au groupe des agents de photoblanchiment, on peut choisir un dérivé de la tétrabenzo-tétraazoporphine.

Comme dérivé de ce type utilisable aussi dans le cadre de l'invention, on peut citer le TINOLUX BBS de la Société CIBA-GEIGY.

Selon l'invention, la teneur en substance destinée à être répartie uniformément du type précité par exemple est généralement de 0,1 à 2% en poids par rapport au poids total du composé lessiviel.

Enfin, le composé lessiviel comprend un produit choisi parmi les siliconates, les dérivés de siliconates et les résines siliconiques.

Les siliconates sont des produits bien connus, ce sont des sels de l'acide siliconique ou de ses dérivés. On peut citer notamment les produits répondant à la formule (2) :

$$R - Si (OM)_m (OH)_{3-m}$$
 (2)

40

45

55

30

35

et/ou les produits de condensation de ceux-ci, formule dans laquelle R est un reste hydrocarboné généralement de 1 à 18 atomes de carbone, le cas échéant substitué par un atome d'halogène, un groupe amino, éther, ester, époxy, mercapto, cyano, (poly)glycol;

m est un nombre entier ou fractionnaire variant entre 0,1 et 3;

M est un métal alcalin ou un groupe ammonium ou phosphonium.

De préférence, R est un reste hydrocarboné de 1 à 10 atomes de carbone et plus particulièrement de 1 à 6 atomes.

Plus précisément, R peut être un radical alkyle par exemple méthyle, éthyle, propyle, butyle, isobutyle; un radical alcényle comme par exemple vinyl, un radical aryle, par exemple phényle ou naphtyle, un radical arylalkyle comme par exemple benzyle ou phényl-éthyle, alkylaryle comme par exemple tolyle, xylyle, ou un radical araryle comme le biphénylyle.

Pour M, on peut citer plus particulièrement le sodium ou le potassium ainsi que les groupes N^{*}R'₄, P^{*}R'₄ dans lesquels R' sont identiques ou différents et sont des restes hydrocarbonés de 1 à 6 atomes de carbone.

On utilise plus particulièrement les siliconates alcalins. On peut aussi employer les siliconates alcalinoterreux.

De même, on utilise particulièrement les alkylsiliconates et notamment les alkylsiliconates alcalins

comme par exemple les méthylsiliconates de sodium ou de potassium.

15

20

25

30

35

55

On peut aussi utiliser les siliconates de formule (2) pour lesquels R est un radical vinyle ou phényle, et plus particulièrement les siliconates alcalins de ce type.

Il est à noter que les siliconates alcalins ou alcalinoterreux sont des produits dont la plupart sont disponibles dans le commerce.

Ils peuvent être préparés par exemple par hydrolyse des silanes correspondants présentant 3 groupes hydrolysables tels que des atomes d'halogène, des radicaux alcoxy, suivie d'une dissolution du produit obtenu dans une solution d'une base inorganique forte dans des proportions telles qu'il y ait au moins un équivalent en base par atome de silicium (voir par exemple US-A-2 441 422, US-A-2 441 423).

Comme exemple de siliconates de ce type disponibles dans le commerce, on peut citer notamment le RHODORSIL® SILICONATE 51T, commercialisé par la Demanderesse, qui est un méthylsiliconate de potassium.

Comme cela a été indiqué plus haut, l' hydrophobant peut être choisi aussi parmi les dérivés des siliconates.

Par produits dérivés, on entend ici les produits de condensation des produits répondant notamment à la formule (2) décrit ci-dessus, ou ceux résultant de la polymérisation au moins partielle en composés ou polymères siliconiques.

Un troisième type de produits supportés utilisables dans le cadre de la présente invention est celui des résines siliconiques.

Ces résines siliconiques sont des polymères organopolysiloxanes ramifiés bien connus et disponibles dans le commerce. Elles présentent, par molécule, au moins deux motifs différents choisis parmi ceux de formule R₃SiO_{0,5} (motif M), R₂SiO (motif D), RSiO_{1,5} (motif T) et SiO₂ (motif Q).

Les radicaux R sont identiques ou différents et sont choisis parmi les radicaux alkyles linéaires ou ramifiés, les radicaux vinyle, phényle, trifluoro-3,3,3 propyle.

De préférence les radicaux alkyles présentent 1 à 6 atomes de carbone inclus.

Plus particulièrement, on peut citer comme radicaux R alkyle, les radicaux méthyle, éthyle, isopropyle, tertiobutyle et n-hexyle.

Ces résines sont de préférence hydroxylées et ont dans ce cas une teneur pondérale en groupe hydroxyle comprise entre 0,1 et 10%.

Comme exemple de résines, on peut citer les résines MQ, les résines MDQ, les résines TD et les résines MDT.

On peut utiliser plus particulièrement les résines présentant une masse moléculaire inférieure à 25000.

Comme résines de ce type, on peut utiliser notamment les produits commercialisés par la Demanderesse sous les noms RHODORSIL 865 A ou 878 A.

Selon l'invention, la teneur en produit supporté et notamment en siliconate est généralement de 0,1 à 2% en poids par rapport au poids total du composé lessiviel.

On va maintenant décrire plus précisément le procédé de préparation du composé lessiviel.

Tout d'abord selon une première variante, on peut effectuer en une seule étape le mélange du polyphosphate, et notamment le TPP, anhydre ou partiellement hydraté, avec la substance et le produit précités, au moins un de ceux-ci étant apporté sous forme d'une solution aqueuse.

Une autre variante du procédé selon l'invention consiste à préparer le composé lessiviel en deux étapes principalement.

Dans la première étape, on mélange le polyphosphate, et notamment le TPP, anhydre ou partiellement hydraté, à la substance précitée et on apporte à ce mélange de l'eau pour l'hydratation du polyphosphate. On peut procéder selon des méthodes différentes.

On peut tout d'abord mélanger le polyphosphate et la substance puis dans un deuxième temps ajouter de l'eau au mélange obtenu.

Selon une méthode préférée, on mélange en même temps, le polyphosphate, l'eau et la substance. Dans ce dernier cas, la substance peut être amenée sous forme d'une solution aqueuse et c'est cette solution qui apporte au moins en partie l'eau nécessaire.

L'eau apportée à cette étape pénètre dans le grain de polyphosphate et permet en même temps l'introduction de la substance à l'intérieur même de ce grain.

La seconde étape consiste à ajouter le produit précité au mélange obtenu précédemment. On peut là aussi opérer selon plusieurs voies.

On peut tout d'abord mélanger simplement les éléments.

On peut aussi effectuer ce mélange et y apporter de l'eau. Cette addition d'eau peut se faire après le mélange à sec des éléments. Toutefois de préférence, cette addition est réalisée simultanément au mélange. Dans ce cas, on peut amener le produit sous forme d'une solution aqueuse qui apportera ainsi

l'eau nécessaire.

Par ailleurs, la quantité d'eau utilisée dans la première étape représente au moins 50% de l'eau utilisée en totalité dans le procédé pour le taux d'hydratation voulu du polyphosphate.

Avantageusement, on effectue entre chaque étape, un mûrissement de chacun des mélanges résultants. Une telle opération assure une meilleure diffusion de l'eau et des constituants du composé et favorise la cristallisation de l'eau dans les particules de TPP ainsi traité. Le mûrissement permet le refroidissement de chaque mélange car l'hydratation du TPP est une réaction exothermique. Il est effectué en agitant chaque mélange obtenu pendant une durée d'environ 20 minutes dans une atmosphère présentant une tension de vapeur non saturante.

Enfin, le composé lessiviel selon l'invention trouve son application comme constituant dans toute application détergente notamment les compositions du type poudre.

D'une manière connue en soi, ces compositions peuvent comprendre un builder du type phosphate, polyphosphate, zéolite, silicate ou carbonate. Elles peuvent aussi comprendre des tensioactifs, anioniques, non-ioniques, cationiques, amphotères. Elles peuvent aussi comprendre des agents de blanchiment du type perborate, des agents de contrôle des mousses, des agents antiredéposition, des agents de fluorescence et tous additifs du type parfums, enzymes, séquestrants, polymères solubles, colorants par exemple.

La teneur en composé lessiviel dans une composition détergente est généralement comprise entre 1 et 10% en poids.

Des exemples concrets vont maintenant être donnés.

20

EXEMPLES

Tout d'abord, quelques définitions et précisions sont apportées ci-dessous.

Le mélange des éléments constitutifs du composé a été effectué grâce à l'utilisation d'un mélangeur de laboratoire de 5 litres de capacité utile de marque LODIGE et d'un pulvérisateur de laboratoire.

La poudre lessivielle a été obtenue en mélangeant 5% en poids du composé selon l'invention à une lessive reconstituée en laboratoire selon la norme française NF C73171.

Le test de coloration a été effectué selon la procédure suivante en utilisant un coton normalisé n° 405, commercialisé par Test Fabrics (USA) :

On dépose sous forme d'accordéon au fond d'un bassin en plastique 50 g de tissu déjà blanchi.

On ajoute alors 1 litre d'eau de ville à 30°C, de dureté 17,9° français (un degré de dureté français équivaut à 10 mg Ca CO₃/l), puis on presse bien le tissu sur le fond du bassin pour enlever les bulles d'air. La hauteur d'eau au-dessus du tissu doit être de 2 cm.

Pendant une durée de 20 secondes, on répand 5 g de poudre lessivielle contenant 5% du composé selon l'invention sur la surface du liquide.

Après 1 minute, on sort le tissu du bassin, on le rince pendant 30 secondes sous le robinet avec de l'eau de ville, puis on l'essore.

Enfin, on coupe la partie supérieure du tissu (20 x 20 cm) et on sèche à 150-160° avec le fer à repasser.

40

Cotation des résultats

```
note 1. pas de points colorés ) acceptable

note 2. très faible coloration )

note 3. coloration relativement forte )

note 4. points colorés distincts ) inacceptable
note 5. coloration forte )
```

Mesures spectrophotométriques

Un échantillon de coton blanc est mis en contact d'une part avec une solution aqueuse de TINOLUX BBS seul et d'autre part, avec une solution aqueuse du composé lessiviel selon l'invention, pendant 20

minutes à 35°C. La différence entre les mesures effectuées donne la quantité de TINOLUX BBS absorbé sur le tissu, en % par rapport à la quantité fixée dans le cas de la solution de Tinolux seul, ce qui sert de référence.

EXEMPLE 1

Dans un mélangeur de Laboratoire LODIGE, on mélange 1740 g de TPP de sodium du type RHODIA PHOS G commercialisé par RHONE-POULENC, de densité = 0,75, avec 20 g de TINOLUX BBS préalablement dilué dans 120 g d'eau, en pulvérisant cette solution sur le TPP.

On procède ensuite à une étape de mûrissement sous agitation pendant 20 minutes dans une atmosphère non saturée.

Puis on ajoute ensuite au mélange ainsi obtenu, par pulvérisation, 20 g de SILICONATE 51T dilué dans 100 g d'eau. On termine par une nouvelle période de mûrissement.

Le test de coloration effectué dans les conditions décrites ci-dessus et avec le composé ainsi préparé donne de très bons résultats car aucune tache n'apparaît sur le tissu traité (note 1).

En outre, les mesures spectrophotométriques indiquent que le TINOLUX BBS est bien fixé sur le coton, et ceci à 85%.

EXEMPLE 2 COMPARATIF

20

45

Cet exemple met en évidence le rôle essentiel du produit supporté dans le composé selon l'invention.

On mélange 1960 g de TPP de sodium du même type que dans l'exemple 1 avec une solution comprenant 20 g de TINOLUX BBS et 20 g d'eau. On procède ensuite à l'étape de mûrissement.

Le même test de coloration, mais effectué avec le composé de cet exemple 2, donne de très mauvais résultats puisque le tissu est fortement maculé par des taches colorées (note 5).

Revendications

- 1. Composé lessiviel caractérisé en ce qu'il comprend un support constitué par un polyphosphate au moins partiellement hydraté, ledit polyphosphate incorporant ou supportant au moins une substance destinée à être répartie uniformément sur une pièce à laver et un produit choisi dans le groupe comprenant les siliconates, les dérivés de siliconates et les résines siliconiques.
- 2. Composé lessiviel selon la revendication 1, caractérisé en ce que la substance précitée est située au moins en partie à l'intérieur du polyphosphate.
 - 3. Composé lessiviel selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le produit précité est situé au moins en partie à la surface du polyphosphate.
- 40 4. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polyphosphate présente un taux d'hydratation d'au moins 8%.
 - 5. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polyphosphate présente une densité comprise entre 0,4 et 0,8, de préférence comprise entre 0,6 et 0,8.

6. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polyphosphate présente une taille de particules comprise entre 200 et 800μm, de préférence entre 600 et 700μm.

- 7. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polyphosphate est un pyrophosphate ou un tripolyphosphate.
 - 8. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polyphosphate utilisé est un tripolyphosphate sous forme de phase 1.
- 55 **9.** Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le polyphosphate est un tripolyphosphate alcalin et notamment le tripolyphosphate de sodium.
 - 10. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la substance

précitée est un agent optiquement actif choisi dans le groupe des azurants optiques, des agents de photoblanchiment et des colorants.

- 11. Composé lessiviel selon la revendication 10, caractérisé en ce que la substance précitée, choisie parmi les agents de photoblanchiment, est un dérivé de la tétrabenzo-tétraazoporphine.
 - 12. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le taux de la substance précitée est compris entre 0,1 et 2% en poids par rapport au poids total du composé.
- 13. Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le siliconate est un siliconate alcalin, notamment un alkylsiliconate alcalin.
 - **14.** Composé lessiviel selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le taux de produit précité est compris entre 0,1 et 2% en poids par rapport au poids total du composé.
 - **15.** Procédé de préparation du composé lessiviel selon l'une des revendications de 1 à 14, caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger au polyphosphate anhydre ou partiellement hydraté, la substance et le produit précités, au moins un de ceux-ci étant apportés sous forme d'une solution aqueuse.
- 20 16. Procédé de préparation du composé lessiviel selon l'une des revendications 1 à 14 caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

15

25

40

45

50

55

- a) on mélange le polyphosphate anhydre ou partiellement hydraté et la substance précitée et on apporte de l'eau audit mélange, cette eau pouvant au moins en partie être apportée sous la forme d'une solution aqueuse de ladite substance.
- b) on ajoute le produit précité au mélange résultant de l'étape précédente et on apporte éventuellement une quantité supplémentaire d'eau, cette quantité pouvant au moins en partie être apportée sous la forme d'une solution aqueuse dudit produit.
- 17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce qu'on effectue un mûrissement à l'issue de chacune des étapes a) et b) précitées.
 - **18.** Procédé selon la revendication 16 ou 17, caractérisé en ce qu'on apporte au moins 50% de l'eau utilisée dans le procédé lors de l'étape a).
- 19. Composition détergente, caractérisée en ce qu'elle comprend un composé lessiviel du type selon les revendications 1 à 14 ou du type préparé par le procédé selon les revendications 15 à 18.

8