



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication : **0 688 861 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : **95401425.4**

(51) Int. Cl.⁶ : **C11D 17/00, C11D 3/08,
C11D 3/12**

(22) Date de dépôt : **16.06.95**

(30) Priorité : **22.06.94 FR 9407652**

(72) Inventeur : **Soreau, Michel
1, rue Galtier-Boissière
F-77630 Barbizon (FR)**

(43) Date de publication de la demande :
27.12.95 Bulletin 95/52

(74) Mandataire : **Rinuy, Santarelli
14, avenue de la Grande Armée
F-75017 Paris (FR)**

(84) Etats contractants désignés :
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LI LU NL
PT SE**

(71) Demandeur : **SOCIETE FRANCAISE HOECHST
Société anonyme dite:
Tour Roussel Hoechst
1 Terrasse Bellini
F-92800 Puteaux (FR)**

(54) **Procédé de préparation de compositions de tensioactifs anioniques en poudre, en perles ou en granulés et utilisation de ces compositions dans les produits de nettoyage et d'entretien**

(57) Procédé de préparation de compositions tensioactives en poudre, en perles ou en granulés, consistant à mélanger en évitant tout malaxage, un ou plusieurs tensioactifs en pâte aqueuse ou hydroalcoolique, présentant un concentration pondérale en matière active supérieure ou égale à 60 %, avec une ou plusieurs charges absorbantes, compositions obtenues et utilisation dans la préparation de poudres à laver, produits d'entretien, désinfectants ou produits phytosanitaires.

La présente invention a pour objet un procédé de préparation de compositions de tensioactifs anioniques en poudre, en perles ou en granulés et l'application de ces compositions, en particulier dans les produits de nettoyage et/ou d'entretien.

Les tensioactifs anioniques sont fréquemment obtenus sous forme de solutions aqueuses dont la concentration en matières actives se situe entre 25 et 70%.

Or, il existe pour de nombreuses applications, particulièrement en détergence, un besoin pour des tensioactifs anioniques sous forme solide, notamment en poudre, en perles ou en granulés, ayant une concentration élevée en matières actives, non poussiéreux et non irritants lors de la manipulation, s'écoulant facilement, rapidement solubles dans l'eau, de densité apparente élevée et d'un coût de fabrication modéré.

Il est connu de fabriquer des tensioactifs sous forme de granulés, en utilisant une technique d'atomisation qui présente l'inconvénient de consommer beaucoup d'énergie. Il est aussi connu de préparer des granulés de tensioactifs par absorption sur charges et éventuellement par écaillage. Mais ces techniques sont difficilement utilisables dans le cas de tensioactifs fortement hydrophiles tels que les sulfates ou les sulfonates d'acyle, qui, en raison de leur forte hygroscopicité ont tendance à reprendre très facilement de l'humidité et à se réagglomérer. C'est le cas, en particulier, des alcanesulfonates de sodium secondaires, qui, grâce à leur excellente solubilité dans l'eau, sont utilisés essentiellement dans les détergents liquides. Ces produits présentent un grand intérêt en raison de leur bonne biodégradabilité, de leur excellent pouvoir mouillant et de leurs bonnes propriétés détergentes. Mais, d'une part, ils présentent l'inconvénient, lorsqu'ils sont fabriqués sous forme de cire concentrée, paillettes ou pastilles, de ne se dissoudre qu'assez lentement dans l'eau froide, d'autre part, en raison de leur forte hygroscopicité, ils ont tendance, lorsqu'on les prépare sous forme de poudres, à s'agglomérer rapidement par absorption d'eau à partir de l'air humide ou de l'eau de cristallisation des composés auxquels ils sont mélangés.

Plusieurs procédés récents décrivent des préparations de tensioactifs anioniques sous forme de poudres ou de granulés.

FR-A-2 265 852 propose l'atomisation des alcanesulfonates, en mélange avec une charge minérale et de l'acide silicique. Dans ce procédé les quantités de charges minérales nécessaires sont supérieures à celles de la matière active, si bien que le produit atomisé obtenu présente une concentration en matières actives réduite.

EP-A-0 349 200 et EP-A-0 349 201 proposent une technique s'apparentant au broyage cryoscopique : le tensioactif anionique concentré, pâteux, est refroidi très fortement à l'aide de neige carbonique puis il est dispersé à l'aide d'une hélice tournant à grande vitesse.

EP-A-0 345 090 décrit un procédé de préparation de tensioactifs du type alkylbenzènesulfonates de sodium (ABSNa) sous forme de granulés à partir d'acide alkylbenzènesulfonique neutralisé in situ, et absorbé sur bentonite. Le rapport ABSNa/Bentonite étant compris entre 1/3 et 1/8, la concentration en matière active de la poudre obtenue est faible.

Il est connu par EP-A-0 430 603 de préparer des compositions détergentes concentrées à partir de détergents anioniques et de charges que l'on mélange de façon intime pour obtenir une pâte dont on fait des granules, qui sont ensuite séchées et broyées en poudre.

Le procédé est toutefois très difficile à mettre en oeuvre industriellement en raison du caractère collant de la pâte obtenue, en particulier lorsque le tensioactif appartient à la famille des alcanesulfonates. La préparation de granules à partir de cette pâte collante est un exercice délicat, difficilement réalisable au delà de l'échelle du laboratoire, et le séchage de ces granules est difficile et gros consommateur d'énergie.

D'autre part, la coulabilité et la solubilité des produits obtenus par le procédé décrit dans cette demande de brevet ne sont pas totalement satisfaisantes.

D'une façon générale, les techniques de granulation humide connues (cf. W.A Ritschez Der Pharmazeutische Betrieb/band 7 - Die Tablette - Chap.4 : das Granulieren ; Ed cantor KG) consistent essentiellement à agglomérer des poudres à l'aide d'un liquide, servant de liant, en formant un mélange homogène dans des proportions suffisantes pour permettre la granulation.

Dans ce cas, de même que dans les techniques d'absorption de liquides sur des charges pulvérulentes, il est nécessaire de pulvériser ou de disperser le liquide de façon suffisamment fine pour éviter la formation de mottes et de ne pas dépasser la capacité maximale d'absorption des charges. Ces procédés présentent plusieurs inconvénients : la nécessité d'utiliser des liquides peu visqueux et le pouvoir limité d'absorption des charges conduisent à des poudres faiblement concentrées en matières actives. D'autre part, il est indispensable de disposer d'un matériel de pulvérisation, de mélange et de dispersion efficace.

C'est donc avec étonnement que la demanderesse a découvert un procédé facile à mettre en oeuvre à l'échelle industrielle et permettant d'obtenir des compositions de tensioactifs notamment anioniques, en poudre, en perles ou en granulés, non poussiéreuses, de concentration en matière active élevée, fluides, ne se réagglomérant pas par reprise d'humidité et rapidement solubles dans l'eau froide.

La présente invention a donc pour objet un procédé de préparation de compositions tensioactives en poudre, en perles ou en granulés, contenant un ou plusieurs tensioactifs notamment anioniques et une ou plusieurs charges absorbantes caractérisé en ce que l'on mélange un ou plusieurs tensioactifs en pâte aqueuse ou hydroalcoolique présentant une concentration pondérale en matière active supérieure ou égale à 60 % avec une ou plusieurs charge(s) absorbante(s) en évitant tout malaxage, pour obtenir une composition tensioactive humide en poudre, en granulés ou en perles correspondante que, si désiré, l'on sèche selon des procédés connus en soi tels qu'un séchage à une température inférieure ou égale à 100°C, par exemple en lit fluidisé.

Contrairement à d'autre procédés connus qui consistent à malaxer la pâte tensioactive avec la charge silicique, ce qui conduit à l'obtention d'une pâte, le présent procédé, qui procède à un enrobage de la charge autour des particules de tensioactif, permet d'obtenir un produit divisé en fines particules directement en sortie du mélangeur.

Dans des conditions préférentielles de mise en oeuvre de l'invention, le procédé ci-dessus décrit est réalisé à partir d'un ou plusieurs tensioactifs en pâte aqueuse ou hydroalcoolique de concentration pondérale en matière active supérieure ou égale à 60 % et présentant une viscosité Brookfield comprise entre 100 et 10 000 Pa.s déterminée à 20°C avec un viscosimètre Brookfield LVT à la vitesse de 0,6 tr/mn.

De façon préférentielle, le procédé selon l'invention sera mis en oeuvre à partir d'un ou plusieurs tensioactifs anioniques et une ou plusieurs charges absorbantes en proportions telles que l'on obtient des compositions qui contiennent pondéralement à sec :

- x % d'au moins un tensioactif anionique, avec $30\% \leq x \leq 75\%$ (Rel.1)
- (100 - x) % d'au moins une charge absorbante, désignée C.

De façon préférentielle, le procédé objet de l'invention sera mis en oeuvre à partir de charges C, caractérisées en ce que les particules constituant ces charges ont un diamètre moyen inférieur ou égal à 100 µm, et en ce que leur capacité d'absorption totale A, exprimée en grammes, déterminée selon la norme NFT 30-022, est supérieure ou égale à 50 g pour 100 g de la charge ou des charges utilisées, et de façon préférentielle, supérieure à 100 g pour 100 g de charges utilisées.

Les charges sont de préférence choisies dans le groupe constitué par la silice, les silicates de métaux alcalins ou alcalino-terreux, les argiles, les aluminosilicates, les silicates et les aluminosilicates de métaux alcalins et/ou alcalino-terreux lamellaires, désignés aussi phyllosilicates.

Dans le cas où les compositions selon l'invention contiennent plus d'une charge C absorbante, la capacité d'absorption A de ce mélange de charges, C₁, C₂, C₃ ... présentant respectivement une capacité d'absorption A₁, A₂, A₃ ... est égale à :

$$A = A_1y_1 + A_2y_2 + A_3y_3 \dots \quad (\text{Rel.2})$$

ou y₁, y₂, y₃ ... représentent respectivement le pourcentage pondéral des charges C₁, C₂, C₃ ... dans ce mélange avec :

$$y_1 + y_2 + y_3 + \dots = 100 \quad (\text{Rel.3})$$

Par "tensioactif anionique", on désigne un tensioactif possédant une ou plusieurs fonctions anioniques du type sulfate, sulfonate, carboxylate ou phosphate tel que ceux cités notamment dans Ullman's Encyclopaedia of Industrial Chemistry, 5ème édition, volume A9, page 312 et suivantes, VCH GmbH - Weinheim - Allemagne 1991.

L'expression "métaux alcalins ou alcalino-terreux" peut désigner le sodium, le potassium, le lithium, le calcium, le magnésium.

L'invention a plus particulièrement pour objet un procédé tel que défini ci-dessus, caractérisé en ce que le ou les tensioactif(s) est ou sont anionique(s) et est ou sont choisi(s) dans le groupe des alcanesulfonates secondaires en C₁₃-C₁₇ et des alcoylpolyglycolsulfates en C₁₀-C₁₈. Comme on l'a vu, la ou les charge(s) absorbante(s) est ou sont choisie(s) de préférence dans le groupe constitué par la silice, les silicates de métaux alcalins ou alcalino-terreux, et les silicates et aluminosilicates de métaux alcalins et/ou alcalino-terreux lamellaires.

L'invention a notamment pour objet un procédé de préparation des compositions telles que définies ci-dessus, caractérisées par le fait que x vérifie la relation 4 :

$$60\% \leq x \leq 72\% \quad (\text{Rel.4})$$

et que la ou les charges absorbantes est ou sont tout particulièrement choisie(s) dans le groupe constitué par la silice, le silicate de magnésium, le silicate de sodium lamellaire 2 SiO₂, NaO₂, désigné commercialement SKS6®.

Les compositions tensioactives en granulés, en poudre ou en perles obtenues par le procédé selon l'invention peuvent contenir de l'eau ou un mélange d'eau et d'un alcool ainsi que les additifs classiques permettant d'améliorer ou de modifier l'aspect, les propriétés d'écoulement ou toute autre propriété du produit, par exemple : charge silicique supplémentaire, colorants, parfums, polymères, silicates alcalins, etc ..., et elles peuvent également être mélangées avec des charges ou d'autres produits en poudre afin d'obtenir des pro-

duits destinés à diverses applications : poudres à laver, produits d'entretien, produits phytosanitaires, désinfectants, etc

Les compositions tensioactives anioniques en poudre, en granulés ou en perles obtenues par le procédé de l'invention, du fait de leur concentration élevée en tensioactifs, présentent de très intéressantes propriétés dans les domaines de la détergence, de l'hygiène, de l'agriculture, etc ... Elles autorisent la préparation facile de diverses formulations de produits en poudre tels que poudre à laver, produits d'entretien divers, produits phytosanitaires, désinfectants. Elles sont facilement dispersibles ou solubles dans l'eau, elles donnent des poudres s'écoulant rapidement et ne donnant pas de mottes résistantes.

L'invention a enfin pour objet les compositions tensioactives en granulés, poudre ou perles obtenues par un procédé ci-dessus, ainsi que leur utilisation dans la préparation de poudres à laver, produits d'entretien, désinfectants ou produits phytosanitaires.

Les exemples suivants illustrent la présente invention. Les produits utilisés dans les exemples sont définis ci-après :

- HOSTAPUR® SAS 60 désigne un mélange d'alcanesulfonates de sodium secondaires en C₁₃-C₁₇ en solution aqueuse à 60 % en poids, commercialisé par la demanderesse.
- HOSTAPUR® SAS 93 désigne un mélange d'alcanesulfonates de sodium secondaires en C₁₃-C₁₇ cireux à 93 % en poids et 7 % d'un mélange de sulfate de sodium, d'alcanes en C₁₃-C₁₇ et d'eau, commercialisé par la demanderesse.
- AMBOSOL® C désigne un silicate de magnésium commercialisé par la demanderesse.
- SKS 6 désigne un silicate de sodium lamellaire, 2 SiO₂, NaO₂, commercialisé par la demanderesse.
- GENAPOL® LRO désigne un mélange de sels de sodium de poly(oxy-1,2 éthanediyl) α-sulfo ω-dodécyloxyde en pâte à 69 % dans l'eau, commercialisé par la demanderesse.

Les produits suivants sont des silices précipitées :

- SIPERNAT® 22 commercialisé par la Société DEGUSSA AG
- MICROSIL® GP commercialisé par la Société CROSFIELD
- TIXOSIL® 38 commercialisé par la Société RHONE POULENC

Les mélanges ont été effectués avec un mélangeur de laboratoire SPRAY MIXER RSM6-60 commercialisé par la Société TELSCHIG et dont le système de pulvérisation a été supprimé.

La capacité d'absorption des charges absorbantes utilisées, déterminée selon la norme NF-T-30-022 est donnée dans le tableau I ci-dessous.

TABLEAU I

CHARGES	CAPACITE MAXIMUM D'ABSORPTION déterminée selon la norme NF-T-30-022 (g pour 100 g de charges)
TIXOSIL®	280
AMBOSOL®	100
SKIS 6®	85
SIPERNAT® 22	260
MICROSIL® GP	320

EXEMPLES 1-8

Dans la cuve du mélangeur, on introduit successivement les charges absorbantes ainsi qu'éventuellement les additifs tels que l'urée, le carbonate de sodium anhydre, le sulfate de sodium puis le ou les tensioactifs anioniques choisis en branche ou sous forme de pâtes aqueuses de concentration pondérale supérieure ou égale à 60% dans les proportions pondérales (exprimées en grammes) données dans le tableau II.

Après fermeture, l'appareil est mis en rotation jusqu'à disparition des poussières.

Le produit obtenu est recueilli et examiné. On note :

- l'aspect général du mélange
- sa coulabilité
- la présence éventuelle de mottes ou d'agglomérats.

Une fraction du produit humide est séchée dans un séchoir à lit fluidisé à 80°C durant 30 minutes, puis le produit sec est tamisé et éventuellement broyé en dessous de 2 mm. Sur le produit ainsi obtenu, les contrôles

suivants sont ensuite effectués et les valeurs trouvées sont mentionnées dans le tableau II :

- hygroscopicité (déterminée selon la note 1)
- teneur en matières actives (titration en 2 phases selon NFT 73.258)
- extrait sec (déterminé par un séchage de 4 heures à 105°C),
- densité apparente, (déterminée selon la norme NFT 73-405),
- coulabilité mesurée selon la norme NF-T 73.008, et elle correspond à l'angle du talus d'éboulement déterminé sur un tas conique dont la base est de 100 mm de diamètre.

On détermine par ailleurs la capacité d'absorption totale A des charges introduites. Pour cela on utilise les valeurs mesurées selon la méthode décrite précédemment et données dans le tableau I.

Le rapport R_1 entre la quantité de tensioactifs anioniques commerciaux réellement introduite exprimée en grammes et la valeur A indique, s'il est supérieur à 1, un excès de tensioactif par rapport à la quantité maximum susceptible d'être absorbée par les charges.

Les tableaux II et III montrent bien qu'il est possible d'obtenir de façon simple des compositions en granulés, en poudre ou en perles, ayant une teneur élevée en matières actives anioniques, faciles à sécher et s'écoulant et se dissolvant ou se dispersant aisément (note 2).

EXEMPLE 9 (exemple comparatif)

A) Préparation de granulés selon EP-A-0 430 603

On mélange dans un mélangeur KENWOOD CHEF équipé d'un système d'agitation planétaire :

- 800 g d'HOSTAPUR® SAS 60 (introduit à une température de 60°C)
- 200 g de MICROSIL® GP
- 100 g de sulfate de sodium anhydre.

Les composants sont malaxés de façon à obtenir une pâte homogène, dont la consistance est analysée à l'aide d'un appareil STEVENS-LFRA TEXTURE ANALYSER équipé du mobile TA9.

La charge nécessaire pour faire pénétrer le mobile de 0,6 mm dans la pâte avec une vitesse d'enfoncement de 1mm/sec est de :

- 26 g sur la pâte à 60°C
- 28 g sur la pâte à température ambiante.

Ces faibles valeurs mettent en évidence la consistance molle de la pâte.

En sortie de mélangeur la pâte ramenée à température ambiante est extrudée dans une filière d'un diamètre de 5 mm (la pâte chaude trop collante ne peut pas être extrudée) le ruban obtenu est haché de façon à obtenir des boulettes d'environ 5 mm de diamètre.

Les boulettes obtenues sont trop collantes et ne peuvent être broyées directement ; elles ne peuvent pas non plus être séchées en lit fluidisé. Elles sont donc étalées sur un plateau en céramique et séchées à l'étuve à 105°C pendant 4 heures.

Après refroidissement à la température ambiante, les boulettes séchées sont écrasées sur un tamis de 2 mm puis de 1,25 mm. Cette opération s'effectue difficilement en raison de l'enrassement rapide du tamis.

B) Préparation des granulés selon l'invention

On introduit séparément dans le mélangeur SPRAY MIXER RSM 6-60, à la température ambiante :

- 800 g d'HOSTAPUR® SAS 60
- 200 g de MICROSIL® GP
- 100 g de sulfate de sodium anhydre.

On met en rotation pendant 4 minutes à la vitesse de 60 tours/min.

On recueille le produit bien granulé et humide, l'appareil n'est aucunement encrassé.

Le produit obtenu a été stocké pendant une année dans un sac en matière plastique fermé, à la température ambiante, sans qu'aucune dégradation de ses propriétés n'ait pu être notée.

Le produit a été séché en sortie de mélangeur sur un lit fluidisé pendant 30 minutes à 80°C.

Le broyage et le tamisage de la poudre ont été effectués dans les mêmes conditions qu'en A. Ces opérations ont été effectuées sans difficulté et aucun encrassement du tamis n'a été constaté.

PROPRIETES COMPAREES DES GRANULES SELON A ET B			
		A	B
5	Extrait sec	97,7 %	99,2 %
	Teneur en matières actives anioniques (NFT 73.258)	60,5 %	59,2 %
	Densité apparente (NFT 73.405)	0,37	0,472
10	Coulabilité (NFT 73.008)	0,69	0,53
	Solubilité 1 mn	91 %	98 %
	2 mn	99 %	100 %

15 La solubilité est mesurée à 20° C pour 5 g de matières actives anioniques par litre d'eau distillée.

NOTES

20 1) L'hygroscopicité est déterminée en plaçant dans des cristallisoirs de 230 mm de diamètre, 200 g de composition selon l'invention préalablement séchée dans un séchoir à lit fluidisé à 80°C pendant 30 minutes, puis en abandonnant ces cristallisoirs pendant 96 heures à 23°C dans une atmosphère à 50% d'humidité relative et enfin en déterminant par pesée le poids d'eau absorbée. On constate que les compositions sèches sont hygroscopiques mais qu'elles ne perdent pas pour autant leurs propriétés d'écoulement.

25 2) La vitesse de dissolution ou de dispersion des compositions selon l'invention est déterminée de la manière suivante :

30 - Dans un bêcher de 2 l contenant 1 l d'eau distillée à 20°C, on verse sous agitation P g de composition selon l'invention correspondant à 5 g de matières actives anioniques, puis la suspension obtenue est maintenue sous agitation constante. Après 1 et 2 minutes, l'agitation est arrêtée, on prélève 20 ml du surnageant que l'on filtre sur Büchner, puis on dose dans le filtrat la quantité de tensioactifs anioniques dissous selon la norme NF-T-73-258. Les valeurs trouvées sont données dans le tableau III en comparaison avec $60 \% \leq x \leq 75 \%$ (rel.1) HOSTAPUR® SAS 93, HOSTAPUR® SAS 60 et GENAPOL® LRO pâte. Le tableau III montre l'amélioration considérable de vitesse de dissolution obtenue avec les compositions selon l'invention par rapport aux qualités commerciales habituelles.

35

40

45

50

55

5
10
15
20
25
30
35
40

45
50

55

TABLEAU II

N° EXEMPLES	1	2	3	4	5	6	7	8
<u>COMPOSITIONS (en g):</u>								
MICROSIL GP	200	200	200	200	200	200	171,5	200
AMBSOL C	-	100	-	-	-	-	85,7	-
SKS 6	-	-	-	-	100	-	-	-
HOSTAPUR SAS 60	800	900	800	800	800	600	151,5	800
GENAPOL LRO	-	-	-	-	-	-	-	100
Sulfate Na anhydre	-	-	100	-	-	-	-	-
Carbonate Na anhydre	-	-	-	100	-	-	-	-
Urée	-	-	-	-	100	-	-	-
<u>CONDITIONS DE MELANGE</u>								
Température d'introduction	ambiente	ambiente	ambiente	ambiente	ambiente	ambiente	ambiente	ambiente
Vitesse de rotation	60 tr/min	60 tr/min	60 tr/min	60 tr/min				
Durée totale	4 min.	6 min.	4 min.	6 min.	12 min.	5 min.	8 min.	6 min.
<u>ASPECT HUMIDE DES GRANULES</u>								
Aspect général	paillettes	paillettes	paillettes	paillettes	paillettes	granulés	granulés	granulés
Coulabilité	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne
Présence d'agglomérats	minime	faible	minime	faible	faible	faible	faible	faible
<u>CARACTÉRISTIQUES DES COMPOSITIONS</u>								
A = capacité d'absorption totale des charges (en g)	640	740	640	640	725	635	640	640
R ₁ = Matières actives anioniques	1,25	1,22	1,25	1,25	1,1	1,17	1,25	1,25
R ₂ = Charges siliciques	2,4	1,8	2,4	2,4	2,4	1,6	1,80	2,76
Hygroscopicité (note 1)	5,9 %	-	5,9 %	-	-	-	-	1,7 %
Teneur en matières actives anioniques (dosage selon NFT 73-258)	71,8 %	63,6 %	61,7 %	59,8 %	61,4 %	60,4 %	60,6 %	60,6 %
Extrait sec (4 H à 105°C)	99,8 %	99,1 %	99,0 %	99,4 %	99,3 %	98,1 %	98,1 %	98,1 %
Densité apparente (selon NFT 73-405)	0,42	0,63	0,45	0,50	0,50	0,50	0,59	0,59
Coulabilité (selon NFT 73-008)	0,586	0,562	0,607	0,585	0,592	0,592	0,637	0,637
Teneur en fines (inférieures à 0,1 mm) %	0,2	11	3,6	2,8	2,5	2,5	0,1	0,1

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

TABLEAU III

PRODUIT	HOSTAPUR SAS 93 (en pastilles)	HOSTAPUR SAS 60 (pâte)	Exemple 1 granulé sec	Exemple 3 granulé humide	GENAPOL LRO (pâte)	Exemple 8 granulé sec
Teneur en matières actives anioniques (%)	93 %	60 %	71,8 %	43,65 %	69 %	60,6 %
<u>Temps de dissolution :</u>						
1 minute	20 %	29 %	90 %	98 %	18 %	97 %
2 minutes	39 %	52 %	94 %	100 %	25 %	100 %

Les valeurs indiquées correspondent aux pourcentages de tensioactifs dissous après 1 minute et 2 minutes d'agitation

Revendications

1. Procédé de préparation d'une composition tensioactive en poudre, en perles ou en granulés, consistant à mélanger en évitant tout malaxage, un ou plusieurs tensioactifs en pâte aqueuse ou hydroalcoolique, présentant une concentration pondérale en matière active supérieure ou égale à 60 %, avec une ou plusieurs charges absorbantes.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, en sortie de mélangeur, le produit est séché à une température inférieure ou égale à 100°C.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la pâte de tensioactifs présente une viscosité Brookfield comprise entre 100 et 10 000 Pa.s.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la ou les charges absorbantes C sont constituées de particules d'un diamètre moyen inférieur ou égal à 100 µm, et ont une capacité totale d'absorption A supérieure ou égale à 50 g pour 100 g de charge.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la ou les charges C sont choisies dans le groupe constitué par la silice, les silicates de métaux alcalins ou alcalino-terreux, les argiles, les aluminosilicates, les silicates et les aluminosilicates de métaux alcalins et/ou alcalino-terreux lamellaires, désignés aussi phyllosilicates.
6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que la capacité totale d'absorption des charges est supérieure à 100 g pour 100 g de charge.
7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que les compositions obtenues contiennent pondéralement à sec x % d'au moins un tensioactif anionique et (100-x) % d'au moins une charge absorbante C, avec $30 \% \leq x \% \leq 75 \%$.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que : $60 \% \leq x \% \leq 72 \%$.
9. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le ou les tensioactifs sont anioniques et choisis dans le groupe des alcanes sulfonates secondaires en C₁₃-C₁₇ et des alcoylpolyglycolsulfates en C₁₀-C₁₈.
10. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la ou les charges absorbantes sont choisies dans le groupe constitué par la silice, le silicate de magnésium, le silicate de sodium lamellaire 2 SiO₂, NaO₂, commercialisé sous le nom de SKS6®.
11. Composition tensioactive en granulés, en poudre ou en perles, préparée par un procédé selon l'une des revendications 1 à 10.
12. Utilisation d'une composition selon la revendication 11 dans la préparation de poudres à laver, produits d'entretien, désinfectants ou produits phytosanitaires.

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 95 40 1425

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.6)
D,A	EP-A-0 430 603 (UNILEVER PLC) 5 Juin 1991 * page 4, ligne 9 - ligne 45; revendications * ---	1-12	C11D17/00 C11D3/08 C11D3/12
D,A	EP-A-0 349 200 (PROCTER & GAMBLE) 3 Janvier 1990 * page 3, ligne 1 - page 6, ligne 10 * * page 7, ligne 36 - ligne 38 * * revendications 1-3,10 * & EP-A-0 349 201 (PROCTER & GAMBLE) 3 Janvier 1990 * page 4, ligne 40 - page 7, ligne 50; revendications 1,4-10 *	1-12	
D,A	EP-A-0 345 090 (COLGATE PALMOLIVE CO) 6 Décembre 1989 * colonne 2, ligne 36 - colonne 5, ligne 18; revendications 1-7 *	1,11,12	
A	EP-A-0 353 976 (PATERSON ZOCHONIS UK LTD) 7 Février 1990 * revendications 1-6,10 *	1,5,12	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
D,A	FR-A-2 265 852 (HOECHST AG) 24 Octobre 1975 * revendications *	1,5,9,10	C11D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur	
LA HAYE	11 Août 1995	Serbetsoglou, A	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention		
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date		
A : arrière-plan technologique	D : cité dans la demande		
O : divulgation non-écrite	I : cité pour d'autres raisons		
P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant		