

(19)



(11)

EP 4 071 227 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

12.10.2022 Bulletin 2022/41(21) Numéro de dépôt: **22167104.3**(22) Date de dépôt: **07.04.2022**

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):

C11D 17/06 ^(2006.01) **C11D 11/00** ^(2006.01)**C11D 3/20** ^(2006.01) **C11D 3/33** ^(2006.01)**C11D 1/37** ^(2006.01) **C11D 1/94** ^(2006.01)

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):

C11D 17/06; C11D 1/37; C11D 1/94; C11D 3/2086;**C11D 3/33; C11D 11/0005; C11D 11/0023;****C11D 1/90**

(84) Etats contractants désignés:

**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO RS SE SI SK SM TR**

Etats d'extension désignés:

BA ME

Etats de validation désignés:

KH MA MD TN(30) Priorité: **08.04.2021 BE 202105275**(71) Demandeur: **R&O Lab SPRL****5030 Gembloux (BE)**(72) Inventeur: **DECOSTER, Rudy****1320 Beauvechain (BE)**(74) Mandataire: **Office Kirkpatrick****Avenue Wolfers, 32****1310 La Hulpe (BE)**(54) **PRODUIT VAISSELLE EN POUDRE**

(57) L'invention s'inscrit dans le domaine des produits d'entretien et en particulier une poudre pour reconstituer un liquide vaisselle pour plonge à la main. La composition en poudre comprend au moins un tensioactif anionique en poudre, au moins un correcteur de pH en poudre, au moins un agent séquestrant en poudre, au

moins un électrolyte en poudre, et au moins un conservateur en poudre. Elle est destinée à être combinée à de l'eau à une température comprise entre 25 et 40 °C, agitée et laissée au repos jusqu'à dissolution totale avant d'être utilisée.

EP 4 071 227 A1

DescriptionDomaine de l'invention

- 5 **[0001]** L'invention s'inscrit dans le domaine des produits d'entretien et en particulier une poudre pour reconstituer un liquide vaisselle pour plonge à la main.

Contexte

- 10 **[0002]** La vaisselle est nettoyée principalement de deux façons : en machine (lave-vaisselle) ou à la main. Les détergeants utilisés dans les deux cas sont différents, même s'ils contiennent des éléments communs. Les poudres, tablettes ou autres détergents pour lave-vaisselle sont conçus avec des tensioactifs, des enzymes, des stabilisateurs et nombre d'éléments qui peuvent être assez corrosif et qui ne sont donc adaptés à un contact avec la peau. Le lavage à la main quant à lui se fait exclusivement avec des liquides vaisselle.

- 15 **[0003]** Ces liquides vaisselle visent principalement à éliminer les tâches de graisse et de protéines sur les plats. Ils sont suffisamment concentrés pour avoir une certaine viscosité et rester efficace lors de leur utilisation en présence d'eau (dans un évier ou sous un filet d'eau sous un robinet), mais comprennent tout de même au moins 60% d'eau, et même jusque 80% d'eau. D'un point de vue environnemental, le stockage et le transport de ces produits constituent principalement du stockage et du transport d'eau, ce qui n'est pas énergétiquement bon marché. Cela conduit également à de l'emballage plastique inutile.

- 20 **[0004]** La demanderesse a jugé utile d'adresser ce problème en cherchant à développer un produit vaisselle s'affranchissant de l'eau pour son stockage et transport, à reconstituer par ajout d'eau avant utilisation. Elle s'est toutefois heurtée à des problèmes de sélection d'ingrédients. En effet, il est nécessaire que l'ajout de l'eau conduise dans un temps raisonnable à un liquide vaisselle limpide, de viscosité acceptable, et ayant des propriétés nettoyantes similaires aux liquides vaisselle existant.

Solution de l'invention

- 30 **[0005]** A cette fin l'invention concerne une composition en poudre pour reconstitution d'un liquide vaisselle pour plonge à la main après ajout d'eau comprenant :

- Au moins un tensioactif anionique en poudre,
- Un correcteur de pH en poudre,
- Un agent séquestrant en poudre,
- 35 - Un électrolyte en poudre, et
- Un conservateur en poudre.

[0006] La composition en poudre de l'invention peut également comprendre des additifs tels que des colorants ou des parfums.

- 40 **[0007]** Par reconstitution d'un liquide vaisselle, il faut entendre que la composition en poudre est convertie en liquide vaisselle par ajout d'eau. De préférence, la composition en poudre est dissoute dans l'eau ajoutée, pour donner une solution limpide. La présence de particules résiduelles n'est pas souhaitée car elles pourraient avoir un effet abrasif indésirable sur la vaisselle. La durée de la dissolution est par exemple de l'ordre de quelques minutes à quelques heures.

[0008] Par plonge à la main, on exclut ici les utilisations en machine lave-vaisselle.

- 45 **[0009]** Un tensioactif anionique est un tensioactif dont la partie hydrophile est chargée négativement, comme par exemple les carbonates, les sulfates, les sulfonates ou les phosphates. L'invention est ici de préférence limitée aux tensioactifs anioniques en poudre, parmi lesquels le laurylsulfate d'ammonium, le laurylsulfate de sodium, le laureth sulfate de sodium, les alkylbenzène sulfonate de sodium, le Laureth sulfate de triéthanolamine, l'alkyl sulfate de sodium, le dodécylbenzène sulfonate de sodium ou le sulfonate d'oléfine.

- 50 **[0010]** De préférence le tensioactif anionique est anhydre.

[0011] C'est par exemple du laurylsulfate de sodium et/ou dodécylbenzène sulfonate de sodium.

[0012] De préférence, la composition en poudre comprend au moins deux tensioactifs anioniques ou un tensioactif anionique et une bétaine.

- 55 **[0013]** Une bétaine est un tensioactif zwitterionique ou amphotère et comprend notamment des ammoniums quaternaires issus des acides aminés, comme par exemple la glycine bétaine. Lorsque seulement un tensioactif anionique est utilisé, la bétaine permet d'améliorer les propriétés lavantes et la stabilité du produit reconstitué.

[0014] Le ou les tensioactifs anioniques sont responsable de l'efficacité de nettoyage du produit vaisselle. La composition en poudre de l'invention comprend de préférence entre 60 et 95 % en masse de tensioactif, de préférence entre

70 et 90%, de préférence encore entre 75 et 85%.

[0015] Un correcteur de pH en poudre permet d'assurer que le pH du liquide reconstitué sera compris entre 6 et 8, de préférence entre 6,5 et 7,5, peu importe la dureté de l'eau utilisée pour la reconstitution. Des correcteurs d'acidité en poudre sont par exemple des acides organiques, comme l'acide citrique, ou minéraux comme l'acide phosphorique, des sels d'acides comme le citrate de sodium, le lactate de potassium ou le malate de potassium, ou une combinaison de ces composants de façon à former un mélange « tampon ».

[0016] Le correcteur de pH est de préférence de l'acide citrique.

[0017] La composition en poudre de l'invention comprend de préférence entre 0.1 et 5 % en masse de correcteur de pH, de préférence entre 0.5 et 1%.

[0018] Un agent séquestrant permet de neutraliser le calcaire de l'eau utilisée pour la reconstitution du liquide vaisselle, typiquement de l'eau du robinet. Sans agent séquestrant, l'aspect final du produit risque d'être trouble et l'efficacité des tensioactifs réduite.

[0019] Un agent séquestrant en poudre est par exemple de l'edta, la delta-gluconolactone, le gluconate de sodium ou de potassium, le sorbitol, le citrate de sodium ou l'acide citrique, l'acétate de sodium, le bitartrate de potassium ou l'acide phosphorique.

[0020] La composition en poudre de l'invention comprend de préférence entre 1 et 5 % en masse d'agent séquestrant, de préférence entre 1.5 et 4%, de préférence encore entre 1.9 et 3.6%.

[0021] Un électrolyte ou co-gélifiant est utilisé pour donner de la viscosité au produit reconstitué en interagissant avec les tensioactifs, leur permettant de former un réseau, à la façon d'un gélifiant. Un électrolyte en poudre est par exemple du chlorure de sodium ou du sulfate de sodium.

[0022] La composition en poudre de l'invention comprend de préférence entre 0.5 et 5 % en masse d'électrolyte, de préférence entre 1 et 2%.

[0023] Un conservateur en poudre permet de prolonger la durée de vie du liquide vaisselle reconstitué. Peu de conservateurs en poudre sont autorisés, par exemple le sorbate de potassium, le benzoate de sodium ou le 2-bromo-2-nitropropane-1,3-diol.

[0024] La composition en poudre de l'invention comprend de préférence entre 0.01 et 5 % en masse de conservateur, de préférence entre 0.1 et 2.5%.

[0025] Des additifs comme des colorants ou des parfums peuvent être ajoutés, de préférence en poudre. Néanmoins, le faible pourcentage que représentent ces additifs, de préférence moins de 1%, permet d'envisager l'utilisation de formules liquides, par exemple à déposer sous forme de spray sur le mélange des poudres.

[0026] Avantagusement, tous les ingrédients sont sélectionnés sous forme anhydre lorsqu'ils existent sous cette forme. Par exemple, la bétaine n'est pas commercialisée sous forme anhydre.

[0027] Avantagusement, les ingrédients sont sélectionnés pour leur profil de dissolution, seuls mais également en présence des autres ingrédients.

[0028] Les ingrédients sont également sélectionnés en fonction de leur granulométrie, pour avoir une granulométrie homogène de la composition finale. Le profil de dissolution peut dépendre de la granulométrie.

[0029] La composition en poudre ne contient pas d'agent fluidifiants comme les gels de silice ou silicates car ceux-ci ne sont pas solubles dans l'eau.

[0030] L'invention concerne également la méthode de préparation de la composition de l'invention selon laquelle :

- On combine les ingrédients en poudre dans un mélangeur à poudre.

[0031] Lorsque la composition en poudre contient de la bétaine, la bétaine est ajoutée en dernier pour éviter l'agglomération et maintenir une poudre fluide.

[0032] L'invention concerne également la méthode de reconstitution du liquide vaisselle à partir de la composition en poudre de l'invention, selon laquelle :

- On combine une quantité déterminée de la composition en poudre avec de l'eau à une température comprise entre 25 et 40 °C, de préférence entre 30 et 35°C, et
- On agite puis on laisse reposer jusqu'à dissolution totale.

De préférence on combine la quantité de la composition en poudre et l'eau pour que la poudre représente entre 10 et 20% en masse du liquide vaisselle obtenu, de préférence entre 12 et 16% du liquide vaisselle obtenu.

[0033] L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples ci-dessous.

[0034] Plusieurs mélanges de poudre selon l'invention ont été réalisés dans un mélangeur à poudre, comprenant :

- Au moins un tensioactif anionique en poudre,
- Un correcteur de pH en poudre,

EP 4 071 227 A1

- Un agent séquestrant en poudre,
- Un électrolyte en poudre, et
- Un conservateur en poudre.

5 **[0035]** Les quantités (en g) utilisées pour chaque mélange sont détaillées dans le tableau 1 ci-dessous.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tableau 1.

Matière Première (INCI)	Référence du produit	classification	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
Sodium Lauryl Sulfate	EMAL 10G3 (KLK OLEO Europe)	Tensioactif anionique	450,000	500,000		350,000	282,000	
Benzenesulfonic acid sodium salt	Marlon ARL (Quimidroga)	Tensioactif anionique		300,000	400,000	493,000	561,055	
C14 - 17 sec. alkyl sulfonate	Hostapur SAS 94 (Clariant)	Tensioactif anionique	200,000					
Sodium Lauryl Sulfate	Tensopol USP94 (KLK OLEO Europe)	Tensioactif anionique			440,000			720,000
Ceteareth-25	Lutensol AT25 (BASF)	Tensioactif nonionique	200,000	40,000				
Cocamidopropyl Betaine	Betaine AAB (Mosselman)	Tensioactif amphotère						45,000
% Total tensio actif			85,000	84,000	84,000	84,300	84,306	76,500
Citric acid	Acide Citrique monohydrate	Correcteur pH	5,400	4,500	7,500	7,600	7,700	9,500
Tetrasodium EDTA	Dissolvine Na (Akzo Nobel)	Sequestrant		35,200		35,355	35,200	
Trisodium nitrilotriacetate	Dissolvine A92	Sequestrant	35,200		35,200			
Sodium Citrate	Citrate de Sodium	Sequestrant						19,500
Sodium Chloride	Sel	électrolyte	55,000	105,500	105,500	105,500	105,500	
Sodium Sulfate	Sulfate de sodium	électrolyte	45,855	6,255	3,255			182,000
2-Bromo-2-Nitropropane-1,3-Diol	Myacid BT	Conservateur	1,400	1,400	1,400	1,400	1,400	
Sodium Benzoate	Kalagard SB	Conservateur						24,000
CI 45350	Jaune acide lumière 3GX	Colorant	0,145	0,145	0,145		0,145	
Perfume	Parfum LEMONDROP	Parfum	7,000	7,000	7,000	7,000	7,000	
TOTAL (g)			1000,000	1000,000	1000,000	999,855	1000,000	1000,000

[0036] L'essai 6 correspond à une composition utilisant des matières premières certifiées Ecocert®, c'est-à-dire d'origine naturelle ou biologique. Pour obtenir un tel label, la liste des produits utilisables dans la composition en poudre de l'invention est restreinte. Dans cette liste, il est particulièrement compliqué d'extraire des produits en poudre, et notamment des tensioactifs anioniques en poudre. C'est dans le cadre de cet essai qu'il a été identifié qu'une bétaine pouvait avantageusement compléter un tensioactif anionique. Ici, la cocamidopropyl bétaine a été ajoutée en dernier dans le mélange.

[0037] Afin de vérifier que ces compositions sont aptes à être dissoutes dans de l'eau pour reconstituer un liquide vaisselle, 70g de chaque composition a été mélangée à de l'eau du robinet à 35°C jusqu'à obtenir 500 mL.

[0038] Le temps de dissolution a été évalué pour chaque essai. C'est le temps entre la mise en œuvre et la solubilisation complète de la poudre (aucun élément solide visible).

[0039] De préférence, pour une simplicité d'utilisation, le temps de dissolution peut être inférieur à 1h ou à 30 minutes. La durée de dissolution n'est cependant pas une caractéristique limitante.

[0040] La stabilité à température ambiante (18-20 °C) est également évaluée. Après dissolution de la poudre, la transparence du liquide vaisselle obtenue est monitorée sur 12 semaines. La transparence (clarté) L est évaluée par colorimétrie, à l'aide d'un colorimètre Lange Lico 400 en fonction L, a, b. De préférence, le liquide vaisselle obtenu est considéré comme stable s'il a une transparence L > 90, de préférence L > 95, et de préférence encore L > 96 après 12 semaines.

[0041] La stabilité au froid est également évaluée, de façon identique à la stabilité à température ambiante. Après dissolution de la poudre, le produit vaisselle reconstitué est conservé à 5°C. La transparence du liquide vaisselle obtenue est monitorée sur 1 semaine.

[0042] La viscosité du produit vaisselle reconstitué est également évalué à l'aide d'un viscosimètre à module tournant de type BROOKFIELD LVT1 avec le Spin 2 à vitesse de 12 rpm. La valeur est ensuite comparée à la viscosité des produits similaires présents sur le marché. De préférence, mais de façon non limitante, la viscosité est comprise entre 200 cP et 300 cP et est de préférence autour de 250 cP (± 15 cP).

[0043] Les résultats des tests pour les six compositions du tableau 1 sont résumés dans le tableau 2 ci-dessous.

Tableau 2.

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
Viscosité	< 200 cP	< 200 cP	263 cP	258 cP	261 cP	249 cp
Temps de dissolution		2 h	2 h	0.25 h	0.25 h	0.5 h
Stabilité à T amb				L>96	L>96	L>96
Stabilité au froid				L = 93	L>96	L>96
pH				7.22	7.11	7.05

Revendications

1. Une composition en poudre pour reconstitution d'un liquide vaisselle pour plonge à la main après ajout d'eau comprenant :

- au moins un tensioactif anionique en poudre représentant entre 60 et 95 % en masse,
- au moins un correcteur de pH en poudre représentant entre 0.1 et 5 % en masse,
- au moins un agent séquestrant en poudre représentant entre 1 et 5 % en masse,
- au moins un électrolyte en poudre représentant entre 0.5 et 5 % en masse, et
- au moins un conservateur en poudre représentant entre 0.01 et 5 % en masse.

2. La composition en poudre selon la revendication 1, comprenant un tensioactif anionique en poudre et au moins un autre tensioactif.

3. La composition selon la revendication 2 dans laquelle l'autre tensioactif est un tensioactif anionique ou une bétaine.

4. La composition en poudre selon l'une des revendications 1 à 3, comprenant également au moins un additif tels qu'un colorant ou un parfum.

5. Composition selon l'une des revendications 1 à 4 dans laquelle tous les ingrédients sont sous forme de poudre

anhydre, à l'exception, le cas échéant des bétaines, des colorants e/ou des parfums qui peuvent ne pas être en poudre et/ou ne pas être anhydre.

- 5
- 6.** Composition selon l'une des revendications 1 à 5, ne contenant pas d'agent fluidifiants tels que du gel de silice ou du silicate.
- 7.** Composition selon l'une des revendications 1 à 6, dans laquelle tous les ingrédients sont d'origine naturelle.
- 10
- 8.** Méthode de préparation de la composition selon l'une des revendications 1 à 7, selon laquelle :
- on combine les ingrédients en poudre dans un mélangeur à poudre.
- 9.** Méthode selon la revendication 8, selon laquelle, lorsque la composition en poudre contient de la bétaine, la bétaine est ajoutée en dernier.
- 15
- 10.** Méthode de reconstitution de liquide vaisselle à partir de la composition en poudre selon l'une des revendications 1 à 7, selon laquelle :
- on combine une quantité déterminée de la composition en poudre avec de l'eau à une température comprise entre 25 et 40 °C,
 - on agite, et
 - on laisse reposer jusqu'à dissolution totale.
- 20
- 11.** Méthode selon la revendication 10, selon laquelle on pèse une quantité de la composition en poudre et on ajoute de l'eau pour que la poudre représente entre 10 et 20% en masse du liquide vaisselle obtenu.
- 25

30

35

40

45

50

55



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 22 16 7104

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	US 2005/197276 A1 (RIGLEY KAREN O [US] ET AL) 8 septembre 2005 (2005-09-08)	1-8, 10	INV. C11D17/06 C11D11/00 C11D3/20 C11D3/33 C11D1/37 C11D1/94
Y	* alinéas [0049] - [0052], [0060], [0061], [0114], [0115]; revendication 7; exemple 7; tableaux 1, 6 *	9	
Y	----- CN 110 577 863 A (GUANGZHOU CHONG HAO ENVIRONMENTAL PROTECTION TECH CO LTD) 17 décembre 2019 (2019-12-17) * alinéa [0049] - alinéa [0054]; exemple 5 *	9	
A	----- WO 97/07188 A1 (PROCTER & GAMBLE [US]; KELLSTEIN CAROLINA BUITRON [US] ET AL.) 27 février 1997 (1997-02-27) * page 10, alinéa 1; revendications 1-17; exemples 2, 3 *	10	
A	----- US 2020/332232 A1 (NAQVI SYED HUMZA [US]) 22 octobre 2020 (2020-10-22) * alinéas [0023], [0040]; revendications 1-10, 14, 17, 27, 38, 39; exemples 1, 2 *	1-11	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	----- CN 106 753 870 A (ANHUI JIE CHEN DAILY NECESSITIES CO LTD) 31 mai 2017 (2017-05-31) * revendications 1, 5 *	1-11	C11D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 27 juin 2022	Examineur Loiselet-Taisne, S
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	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 22 16 7104

5 La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

27-06-2022

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2005197276 A1	08-09-2005	AT 400642 T	15-07-2008
		AU 2005222095 A1	22-09-2005
		CA 2553598 A1	22-09-2005
		EP 1723226 A2	22-11-2006
		ES 2307162 T3	16-11-2008
		JP 5451726 B2	26-03-2014
		JP 2007527947 A	04-10-2007
		JP 2012061471 A	29-03-2012
		US 2005197276 A1	08-09-2005
		US 2011065623 A1	17-03-2011
		WO 2005087910 A2	22-09-2005

CN 110577863 A	17-12-2019	AUCUN	

WO 9707188 A1	27-02-1997	AUCUN	

US 2020332232 A1	22-10-2020	AU 2020259270 A1	04-11-2021
		CA 3145901 A1	22-10-2020
		CN 113874485 A	31-12-2021
		DE 102020002254 A1	22-10-2020
		EP 3956426 A1	23-02-2022
		GB 2585441 A	13-01-2021
		KR 20210153652 A	17-12-2021
		US 2020332232 A1	22-10-2020
		WO 2020214455 A1	22-10-2020

CN 106753870 A	31-05-2017	AUCUN	

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82