



(11) **EP 2 271 410 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
12.10.2011 Bulletin 2011/41

(51) Int Cl.:
A62D 3/38 (2007.01)

(21) Numéro de dépôt: **09750029.2**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2009/050779

(22) Date de dépôt: **28.04.2009**

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2009/141548 (26.11.2009 Gazette 2009/48)

(54) **COMPOSITION ET PROCEDE POUR LA DESTRUCTION DE POLLUANTS
ORGANOPHOSPHORES ET/OU ORGANOSOUFRES**

ZUSAMMENSETZUNG UND VERFAHREN ZUR ZERSETZUNG VON ORGANOPHOSPHOR- UND/
ODER ORGANOSCHWEFEL-SCHADSTOFFEN

COMPOSITION AND PROCESS FOR THE DESTRUCTION OF ORGANOPHOSPHORUS AND/OR
ORGANOSULPHUR POLLUTANTS

(84) Etats contractants désignés:
**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 SE SI SK TR**

- **KERVENNAL, Jacques**
F-69005 Lyon (FR)
- **GOFFINET, Pierre Charles**
F-91190 Gif-sur-Yvette (FR)
- **LION, Claude**
F-75116 Paris (FR)

(30) Priorité: **30.04.2008 FR 0852911**

(43) Date de publication de la demande:
12.01.2011 Bulletin 2011/02

(74) Mandataire: **Sauvageot, Olivier Roger**
Arkema France
Département Propriété Industrielle
420, rue d'Estienne d'Orves
F-92705 Colombes Cedex (FR)

(73) Titulaire: **Arkema France**
92700 Colombes (FR)

(72) Inventeurs:
• **COUTURIER, Jean-Luc**
F-69006 Lyon (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 894 512 WO-A-01/30452
WO-A-91/13058 CA-A- 2 377 243
FR-A- 2 761 080 FR-A- 2 766 724

EP 2 271 410 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

[0001] L'invention concerne la décontamination d'agents toxiques et/ou polluants organophosphorés ou organosoufrés, notamment dans le domaine des agents de guerre chimique ou dans le domaine de l'agriculture, par exemple pour la décontamination d'insecticides. Elle porte en particulier sur une nouvelle composition de décontamination comprenant deux agents stabilisants spécifiques, ainsi que sur un procédé de destruction de ces polluants organophosphorés et/ou organosoufrés.

[0002] Dans le domaine des agents de guerre chimique, il existe actuellement de nombreux esters organophosphorés dérivés des acides phosphorique et phosphoniques, tels que le Tabun, le Sarin ou le Soman. Ces composés présentent une importante neurotoxicité du fait de leur pouvoir phosphorylant vis-à-vis des cholinestérases dont l'inhibition entraîne la mort par accumulation d'acétylcholine dans l'organisme.

[0003] Par ailleurs, il existe également des produits toxiques organosoufrés tels que les sulfures industriels ou les agents de guerre de la famille des vésicants, tels que l'ypérite.

[0004] Dans le domaine agricole, il existe des composés toxiques organophosphorés, tels que les organophosphates, les amidophosphates, les organoamidophosphates, les phosphorothionates, les phosphonothionates et les phosphonoamidothionates utilisés comme insecticides et pesticides, ainsi que par des composés organosoufrés du type R-S-R', R et R' représentant notamment des radicaux hydrocarbonés et des radicaux hydrocarbonés halogénés.

[0005] Parmi les composés organophosphorés les plus connus, les composés comme le O,O-diéthyl-O-p-nitrophényl phosphate (Paraoxon), le O,O-diéthyl-O-p-nitrophényl phosphonothioate (Parathion) et le O,O-diéthyl-O-(2-isopropyl-4-méthyl-6-pyrimidyl)-phosphorothioate (Diazinon) jouent un grand rôle en agriculture comme insecticides ou comme pesticides.

[0006] Par ailleurs, les composés organosoufrés toxiques, tels que le sulfure de dichloro-2,2'-diéthyle ou le sulfure de 2-phényl-2-chlorodiéthyle sont également des agents chimiques très agressifs et dont la stabilité leur permet de persister sur un terrain contaminé pendant plusieurs années, sans connaître une diminution sensible de toxicité.

[0007] L'existence de stocks importants des produits listés ci-dessus est un problème. Leur élimination implique notamment l'utilisation de compositions décontaminantes à appliquer sur les produits eux-mêmes ou sur le matériel ou les personnes contaminées. Les compositions décontaminantes peuvent être utilisées en substitution ou en association avec des procédés physiques de déplacement des toxiques.

[0008] Il est donc important de pouvoir disposer, notamment dans le cas d'utilisation intentionnelle ou accidentelle de tels composés, d'une composition décontaminante capable de dégrader les produits toxiques eux-mêmes et de décontaminer rapidement et efficacement les matériaux contaminés par des agents toxiques.

[0009] Les compositions les plus efficaces actuellement disponibles sont des solutions d'hydroxyde de sodium en milieu aqueux ou dans le méthylglycol (1,2-propanediol) en présence d'amine, ou d'hypochlorite de calcium ; cependant, de telles solutions sont corrosives vis-à-vis des matériaux fragiles et notamment les alliages de métaux légers.

[0010] Il est bien connu que les composés nucléophiles sont des produits efficaces pour éliminer les agents toxiques de la série des organophosphorés et des organosoufrés. Ainsi, l'anion hydroxyle en milieu fortement basique est apte à neutraliser ces agents toxiques. Toutefois, l'efficacité obtenue s'accompagne d'une forte agressivité vis-à-vis des matériaux à décontaminer.

[0011] Une autre voie consiste à utiliser, en milieu peu basique, voire proche de la neutralité, des composés peroxygénés tels que l'eau oxygénée, l'hydroperoxyde de tertibutyle, les perborates et les peracides, en raison de leurs propriétés à la fois nucléophiles et oxydantes.

[0012] Les différents composés peroxygénés sont le plus souvent utilisés dans des solutions contenant des agents tensio-actifs du type ammonium quaternaire, améliorant le contact entre le réactif peroxygéné et l'agent toxique lors de la décontamination.

[0013] Les peroxydes proposés à l'heure actuelle dans la décontamination de matériaux souillés par les différentes familles d'agents toxiques, notamment le Paraoxon®; et les composés soufrés, se présentent sous la forme de solutions aqueuses de peracides linéaires à longue chaîne carbonée, de pH compris entre 6 et 8 ou de solutions aqueuses à base de peracides industriels comme le monoperoxyphthalate de magnésium ou l'acide phthalimidoperoxhexanoïque, ces peracides étant, dans les deux cas, associés à des agents tensioactifs en particulier du type sel d'ammonium quaternaire.

[0014] Cependant, les premiers peracides ne sont rarement disponibles dans le commerce à un niveau industriel et présentent une stabilité et une solubilité médiocres, et les seconds peracides, bien que disponibles dans le commerce, sont sous forme solide à température ambiante, présentent une stabilité médiocre à haute température et ne sont pas d'une manipulation aisée pour leur mise en oeuvre.

[0015] Des compositions aqueuses à base d'acide percarboxyliques en C₂ à C₄ et d'acide dipicolinique ont été décrites dans la demande internationale WO 01/30452 à titre d'agent de décontamination. Cependant, de telles compositions présentent des problèmes de stabilité et utilisent des acides percarboxyliques anhydres obtenus par un procédé coûteux de distillation azéotropique.

[0016] Une composition aqueuse comprenant un agent peroxydant pouvant être un peracide en tant qu'agent décon-

taminant est décrite dans la demande de brevet EP 0894512. Néanmoins, ce type de composition présente un effet décontaminant relativement faible.

[0017] Il subsiste donc un réel besoin pour de nouvelles compositions décontaminantes d'une stabilité plus grande que celles précitées, et d'une grande efficacité, permettant une destruction rapide des agents toxiques organophosphorés ou organosoufrés.

[0018] Le demandeur a mis au point une composition permettant de résoudre les problèmes ci-dessus, et en particulier a mis au point une composition présentant une excellente stabilité et une excellente efficacité, conduisant à une destruction rapide des agents toxiques.

[0019] La présente invention a donc d'abord pour objet une composition décontaminante comprenant :

- (i) de l'acide perpropionique,
- (ii) de l'acide dipicolinique,
- (iii) de l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique (HEDP ou de ses sels),
- (iv) un agent tensioactif, et
- (v) un agent alcalinisant.

[0020] De manière surprenante on a constaté que la composition telle que définie ci-dessus est suffisamment stable pour obtenir une efficacité prolongée en décontamination.

[0021] De manière surprenante, on a également constaté que la composition objet de l'invention comprenant de l'acide perpropionique présente une efficacité de décontamination supérieure à des compositions comprenant de l'acide peracétique. (exemples 2 et 3)

[0022] De préférence, le sel de l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique est l'hydroxyéthylidène diphosphonate de sodium (HEDP).

[0023] Par « composition décontaminante » on entend au sens de la présente invention, une composition utilisable pour la décontamination de matériaux souillés par des composés organophosphorés et/ou organosoufrés et pour la dégradation des produits toxiques eux-mêmes.

[0024] Avantagusement, l'acide perpropionique utilisé se présente sous la forme d'une solution aqueuse, en particulier telle qu'elle a été obtenue par réaction d'une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène avec l'acide propionique, en présence d'un catalyseur, tel que l'acide sulfurique ou l'acide borique. Un tel procédé de préparation est par exemple décrit dans la demande de brevet français FR2462425. Contrairement aux solutions anhydres d'acide perpropionique décrites dans les demandes de brevets français n° FR2464947 et FR2519634, les solutions aqueuses sont obtenues avec un procédé simple, ne mettant pas en oeuvre une étape de distillation azéotropique avec des solvants organiques toxiques ou inflammables tels que le 1,2-dichloroéthane ou le cyclohexane.

[0025] Ainsi, l'acide perpropionique utilisé se présente sous la forme d'une solution aqueuse comprenant : de l'acide perpropionique comme produit, de l'acide propionique comme réactif n'ayant pas réagi, de l'eau oxygénée comme réactif n'ayant pas réagi, de l'acide sulfurique ou de l'acide borique comme catalyseur.

[0026] La composition décontaminante définie ci-dessus peut donc comprendre, outre les composés (i) à (v) :

- de l'acide propionique,
- de l'eau oxygénée, et
- de l'acide sulfurique, et/ou de l'acide borique.

[0027] De telles compositions sont des liquides solubles dans l'eau, ce qui permet une mise en oeuvre aisée de la composition décontaminante objet de l'invention.

[0028] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, la composition définie ci-dessus se présente sous la forme d'une solution aqueuse. Ainsi, l'invention a également pour objet une solution aqueuse comprenant une composition décontaminante telle que définie ci-dessus.

[0029] Les compositions objet de l'invention comprennent un agent alcalinisant. De préférence, l'agent alcalinisant est choisi parmi l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium, l'hydroxyde d'ammonium, le carbonate ou l'hydrogénocarbonate de sodium, le carbonate ou l'hydrogénocarbonate de potassium, le phosphate de sodium, le phosphate de potassium, le phosphate d'ammonium, les silicates de sodium, les silicates de potassium, les silicates d'ammonium, les borates de sodium, les borates de potassium, les borates d'ammonium, et leurs mélanges. Le ou les agent alcalinisants permettent d'ajuster le pH des compositions objet de l'invention. Avantagusement, les compositions objet de l'invention présentent un pH supérieur à 7, de préférence compris entre 8 et 12, notamment entre 8,5 et 9,5.

[0030] Les compositions selon l'invention peuvent être tamponnées à un pH compris entre 7 et 10. Lorsque la composition objet de l'invention est une composition basique, l'acide dipicolinique, l'acide perpropionique et l'HEDP peuvent se présenter sous la forme de leurs sels correspondants.

[0031] Les compositions objet de l'invention peuvent comprendre en outre un tampon alcalin. Par « tampon alcalin »,

on entend au sens de la présente invention, aussi bien un seul type de tampon alcalin qu'un mélange de tampons alcalins. Les compositions selon l'invention comprennent un tampon alcalin tel qu'un carbonate alcalin ou un silicate alcalin, notamment le carbonate de potassium ou de sodium.

[0032] Par "agent tensioactif", on entend au sens de la présente invention un agent tensioactif anionique, cationique, non ionique ou amphotère, utilisé à raison de 0 à 25%, de préférence 5 à 20% en poids par rapport au poids total de la composition.

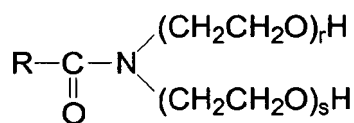
[0033] En tant qu'agent tensioactif cationique on peut citer ceux du type ammonium quaternaire, et par exemple

- le bromure de cétyl triméthyl ammonium
- le chlorure de cétyl triméthyl ammonium
- le bromure de cétyldiméthyl hydroxy-2 éthyl ammonium
- le bromure de cétylméthyl bis (hydroxy-2 éthyl) ammonium
- le bromure de benzyltriméthyl ammonium, et
- le bromure de cétyl diaza-1,4-bicyclo [2.2.2] octylammonium.

[0034] Ces agents tensio-actifs sont connus et, pour la plupart, disponibles dans le commerce. Ils peuvent être préparés par les méthodes décrites par C.A. Bunton et al., J. Am. Chem. Soc., 95,2912 (1973) et par L. Horner et al., Phosphorus and Sulfur, 11,339 (1981).

[0035] En tant qu'agent tensioactif non ionique utilisable de manière optionnelle, on peut citer par exemple :

- les alcools gras alcoylés de formule : $R-[(CH_2)_2O]_m-[CH_2CH(CH_3)O]_n-H$ dans laquelle est un alkyle ou alcényle comprenant 8 à 22 atomes de carbone, de préférence 12 à 14 atomes de carbone; n et m, indépendamment, représentent un nombre entier de 0 à 50, dont la somme $n+m > 1$;
- les alkylpolyglucosides de formule $R'''-[glucose]_n-$ dans laquelle R''' est un alkyle en C_8-C_{16} et n est un nombre entier de 1 à 3;
- les esters de sucres réduits, les esters de polyols et leurs dérivés éthoxylés, tels que par exemple le monostéarate de sorbitan, de glycéril ou d'éthylène glycol, ou le monostéarate de sorbitan éthoxylé à 20 oxydes d'éthylène;
- les alkylamides éthoxylés de formule:



dans laquelle R est tel que défini ci-dessus et r et s sont des nombres entiers de 0 à 15, dont la somme $r+s > 1$;

- les alkylpyrrolidones, dont le groupement alkyle est en C_6-C_{20} ; et leurs mélanges.

[0036] De préférence, l'acide perpropionique est présent dans ladite solution aqueuse à une concentration par exemple de 0,05 à 4,5 mole/L.

[0037] Dans un mode de réalisation préféré, la composition objet de l'invention comprend, en poids par rapport au poids total de la composition :

- 4 à 16 % d'acide perpropionique,
- 0,1 à 2 % d'acide dipicolinique,
- 0,5 à 5 % d'hydroxyéthyl-diéthyl phosphonate de sodium,
- 5 à 20 % d'agent tensio-actif ,
- 2 à 20 % d'un agent alcalinisant, et
- 5 à 15 % de tampon alcalin.

[0038] Les solutions objet de l'invention peuvent également comprendre au moins un constituant choisi parmi un agent hydrotrope, tel que l'urée, le cumène sulfonate de sodium, un agent viscosant tel que la gomme xanthane, l'amidon de maïs modifié, l'hydroxyéthylcellulose, ou encore un agent antimousse.

[0039] Les compositions peuvent se présenter sous forme de poudre, de liquide, de gel ou de suspension.

[0040] Les compositions selon l'invention sont de préférence mises en oeuvre en solution aqueuse à une concentration de 0,5 à 40 % en poids d'acide perpropionique par rapport au poids total de la solution. Elles peuvent également être mises en oeuvre sous forme d'émulsions ou de microémulsions après dispersion dans un solvant organique non miscible

à l'eau tel que par exemple les hydrocarbures aliphatiques ou aromatiques, éventuellement chlorés, par exemple le toluène, le xylène, le chlorure de méthylène et le tétrachloroéthylène.

[0041] Elles peuvent être utilisées de manière manuelle ou mécanique par aspersion, badigeon, pulvérisation, trempage, imprégnation ou toute autre opération permettant le contact desdites compositions avec du matériel ou des personnes contaminés.

[0042] La présente invention a également pour objet un procédé de décontamination d'agents toxiques et/ou polluants organophosphorés ou organosoufrés, comprenant la mise en contact dudit agent toxique et/ou polluant avec une composition telle que définie ci-dessus.

[0043] Ledit agent toxique et/ou polluant organophosphoré ou organosoufré, peut être par exemple dans le domaine militaire, un agent de guerre organophosphoré ou organosoufré ou dans le domaine de l'agriculture un agent phytosanitaire organophosphoré ou organosoufré, en particulier un insecticide, ou encore un agent polluant industriel.

[0044] La présente invention a encore pour objet un procédé de décontamination de matériaux souillés par des composés organophosphorés et/ou organosoufrés, comprenant l'application sur le matériau souillé de la composition telle que définie ci-dessus, par projection, pulvérisation ou simple lavage ou que l'on fait tremper ledit matériau souillé dans un bac contenant la composition telle que définie ci-dessus.

[0045] Du fait du pH des compositions objet de l'invention, lorsque des matériaux souillés sont décontaminés, ceux-ci peuvent être choisis aussi bien parmi des véhicules durcis recouverts de peintures polyuréthanes, les véhicules non durcis (peintures glycérophthaliques, surfaces à haute porosité, présence d'élastomères) ainsi que les équipements délicats (intérieurs des véhicules, radios, équipement électronique).

[0046] Du fait de leur faible agressivité, ces compositions sont également utilisables pour la décontamination des personnes par contact avec la peau.

[0047] Le rapport molaire d'acide perpropionique par rapport au polluant est généralement de 5 à 10 pour les polluants organophosphorés (hydrolyse en phosphate) ou de 3 à 5 pour les polluants organosoufrés (oxydation en sulfone).

[0048] L'invention a encore pour objet un procédé d'obtention d'une composition décontaminante conforme à l'invention. Ce procédé comprend les étapes successives suivantes :

a) l'obtention d'une composition comprenant de l'acide perpropionique, de l'acide dipicolinique et de l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique,

b) la dissolution de la composition obtenue à l'étape a) dans une composition aqueuse comprenant un agent tensioactif constitué d'un oxyde d'amine, et un agent alcalinisant.

[0049] Dans un autre mode de réalisation de l'invention un procédé d'obtention d'une composition décontaminante comprend les étapes successives suivantes :

a) l'obtention d'une composition comprenant de l'acide perpropionique et de l'acide dipicolinique

b) la dissolution de la composition obtenue à l'étape a) dans une composition aqueuse comprenant un agent tensioactif, un agent alcalinisant, et un sel et de l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique, et de préférence l'hydroxyéthylidène diphosphonate de sodium.

[0050] A titre d'exemple l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique de la composition objet de l'invention peut être constitué du produit commercialisé par la société SOLUTIA sous la dénomination commerciale DEQUEST 2010®, et l'hydroxyéthylidène diphosphonate de sodium peut être constitué du produit commercialisé par la société SOLUTIA sous la dénomination commerciale DEQUEST 2016®.

[0051] Les exemples suivants illustrent la présente invention sans toutefois en limiter la portée. Dans ces exemples, les pourcentages sont en poids sauf indication contraire.

EXEMPLE 1

[0052] La solution d'acide perpropionique est préparée par mélange de : 1000g d'acide propionique, 500g d'eau oxygénée à 70%, 25g d'acide sulfurique, 7,5g d'acide dipicolinique et 15g d'acide hydroxyéthylidène diphosphonique (Dequest 2010®). On laisse sous agitation 12h à température ambiante pour obtenir les concentrations à l'équilibre. La solution ainsi préparée contient :

	% poids
Acide perpropionique	38,2**
Eau oxygénée	8,3*

EP 2 271 410 B1

(suite)

	% poids
Acide propionique	33,8
Eau	17,2
Acide sulfurique	1,0
Acide dipicolinique	0,5
Acide hydroxyéthylidène diphosphonique	1,0
* L'eau oxygénée est dosée par le sulfate de cérium (IV). ** L'oxygène actif total est dosé par iodométrie. L'acide perpropionique est déterminé par différence entre l'oxygène actif total et l'eau oxygénée.	

370 g de la solution précédemment préparée sont ensuite mélangés avec :

- 70 g de Barquat MS 100 (de LONZA),
- 100g de GLUCOPON®,
- 90 g de potasse,
- 190 g de carbonate de potassium, et
- 900g d'eau,

pour l'application en décontamination

EXEMPLE 2

[0053] La réactivité en fonction du temps de la formulation préparée dans l'exemple 1 est testée en décontamination sur le Paraoxon®.

[0054] Dans un réacteur en verre agité, 1,8 g de la formulation préparée dans l'exemple 1 sont ajoutés à 50 mg de Paraoxon®. Le rapport molaire initial décontaminant/toxique est donc de 5,8. T minutes après l'ajout, un prélèvement est réalisé et la réaction est stoppée par ajout d'un excès de thiosulfate de sodium. On ajoute alors au prélèvement, 8 ml d'eau saturée en NaCl, 10 ml d'acétate d'éthyle / hexane 50/50 et 0,1 % de sébacate de dibutyle (étalon interne). On prélève et sèche la phase organique sur sulfate de sodium et le Paraoxon® résiduel est dosé par CPG.

[0055] Cette procédure est répétée après différents temps de vieillissement de la formulation préparée dans l'exemple 1.

[0056] Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

T (min)	Conversion Paraoxon® (%)
5	88
180	56
240	54

EXEMPLE 3 (non conforme à l'invention)

[0057] La formulation à base d'acide perpropionique décrite dans l'exemple 1 a été comparée avec une formulation similaire à base d'acide peracétique. La solution d'acide peracétique à 39% est préparée selon une procédure identique à l'exemple 1 en remplaçant l'acide propionique par l'acide acétique, puis additivée avec les mêmes quantités des autres constituants.

[0058] La formulation ainsi obtenue est testée avec le Paraoxon® selon la procédure décrite dans l'exemple 2. Le rapport molaire initial décontaminant/toxique est de 6,8. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

T (min)	Conversion Paraoxon® (%)
5	42
180	18

[0059] Ces exemples montrent donc l'avantage de la formulation à base d'acide perpropionique par rapport à la formulation à base d'acide peracétique pour la décontamination de toxiques organophosphorés.

Revendications

1. Composition décontaminante comprenant :

- (i) de l'acide perpropionique,
- (ii) de l'acide dipicolinique,
- (iii) de l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique ou l'un de ses sels,
- (iv) un agent tensioactif, et
- (v) un agent alcalinisant.

2. Composition selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** le sel de l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique est l'hydroxyéthylidène diphosphonate de sodium

3. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, **caractérisée en ce que** l'agent alcalinisant est choisi parmi l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium, l'hydroxyde d'ammonium, les silicates de sodium, les silicates de potassium, les silicates d'ammonium, les borates de sodium, les borates de potassium, les borates d'ammonium, et leurs mélanges.

4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisée en ce qu'elle** comprend en outre un tampon alcalin, de préférence choisi parmi un carbonate alcalin et un silicate alcalin.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisée en ce qu'elle** comprend en outre un tensioactif non ionique.

6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisée en ce que** l'acide perpropionique est présent à une concentration de 0,05 à 4,5 mole/L.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisée en ce qu'elle** est tamponnée à un pH compris entre 7 et 10.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisée en ce qu'elle** comprend, en poids par rapport au poids total de la composition :

- 4 à 16 % d'acide perpropionique,
- 0,1 à 2 % d'acide dipicolinique,
- 0,5 à 5 % d'hydroxyéthylidène diphosphonate de sodium,
- 5 à 20 % d'agent tensio-actif ,
- 2 à 20 % d'un agent alcalinisant, et
- 5 à 15 % de tampon alcalin.

9. Procédé de décontamination d'agents toxiques et/ou polluants organophosphorés ou organosoufrés, comprenant la mise en contact dudit agent toxique et/ou polluant avec une composition telle que définie dans l'une des revendications précédentes.

10. Procédé d'obtention d'une composition décontaminante selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes successives suivantes :

- a) l'obtention d'une composition comprenant de l'acide perpropionique, de l'acide dipicolinique et de l'acide

hydroxyéthylidène diphosphonique,

b) la dissolution de la composition obtenue à l'étape a) dans une composition aqueuse comprenant un agent tensioactif constitué d'un oxyde d'amine, et un agent alcalinisant.

11. Procédé d'obtention d'une composition décontaminante selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes successives suivantes :

a) l'obtention d'une composition comprenant de l'acide perpropionique et de l'acide dipicolinique

b) la dissolution de la composition obtenue à l'étape a) dans une composition aqueuse comprenant un agent tensioactif, un agent alcalinisant, et un sel et de l'acide hydroxyéthylidène diphosphonique, et de préférence l'hydroxyéthylidène diphosphonate de sodium.

Claims

1. Decontaminating composition comprising:

- (i) perpropionic acid,
- (ii) dipicolinic acid,
- (iii) hydroxyethylidene diphosphonic acid or a salt thereof,
- (iv) a surfactant, and
- (v) a basifying agent.

2. Composition according to Claim 1, **characterized in that** the hydroxyethylidene diphosphonic acid salt is sodium hydroxyethylidene diphosphonate.

3. Composition according to either one of Claims 1 and 2, **characterized in that** the basifying agent is chosen from sodium hydroxide, potassium hydroxide, ammonium hydroxide, sodium silicates, potassium silicates, ammonium silicates, sodium borates, potassium borates and ammonium borates, and mixtures thereof.

4. Composition according to any one of the preceding claims, **characterized in that** it also comprises an alkaline buffer, preferably chosen from an alkaline carbonate and an alkaline silicate.

5. Composition according to any one of the preceding claims, **characterized in that** it also comprises a nonionic surfactant.

6. Composition according to any one of the preceding claims, **characterized in that** the perpropionic acid is present at a concentration of from 0.05 to 4.5 mol/l.

7. Composition according to any one of the preceding claims, **characterized in that** it is buffered at a pH of between 7 and 10.

8. Composition according to any one of the preceding claims, **characterized in that** it comprises, by weight relative to the total weight of the composition:

- 4% to 16% of perpropionic acid,
- 0.1% to 2% of dipicolinic acid,
- 0.5% to 5% of sodium hydroxyethyldiethyl phosphonate,
- 5% to 20% of surfactant,
- 2% to 20% of a basifying agent, and
- 5% to 15% of alkaline buffer.

9. Process for decontaminating organophosphorus or organosulfur toxic agents and/or pollutants, which comprises bringing said toxic agent and/or pollutant into contact with the composition as defined in one of the preceding claims.

10. Process for obtaining a decontaminating composition according to any one of Claims 1 to 8, **characterized in that** it comprises the following successive steps:

- a) obtaining a composition comprising perpropionic acid, dipicolinic acid and hydroxyethylidene diphosphonic acid,
- b) dissolving the composition obtained in step a) in an aqueous composition comprising a surfactant consisting of an amine oxide, and a basifying agent.

11. Process for obtaining a decontaminating composition according to any one of Claims 1 to 8, **characterized in that** it comprises the following successive steps:

- a) obtaining a composition comprising perpropionic acid and dipicolinic acid,
- b) dissolving the composition obtained in step a) in an aqueous composition comprising a surfactant, a basifying agent and a hydroxyethylidene diphosphonic acid salt, and preferably sodium hydroxyethylidene diphosphonate.

Patentansprüche

1. Dekontaminierende Zusammensetzung, die Folgendes umfasst:

- (i) Perpropionsäure,
- (ii) Dipicolinsäure,
- (iii) Hydroxyethylidendiphosphonsäure oder eines ihrer Salze,
- (iv) ein Tensid und
- (v) ein Alkalisierungsmittel.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei dem Salz der Hydroxyethylidendiphosphonsäure um Natriumhydroxyethylidendiphosphonat handelt.

3. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Alkalisierungsmittel aus der Reihe Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Ammoniumhydroxid, Natriumsilikate, Kaliumsilikate, Ammoniumsilikate, Natriumborate, Kaliumborate, Ammoniumborate und ihren Mischungen ausgewählt ist.

4. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie weiterhin einen alkalischen Puffer umfasst, der vorzugsweise aus einem alkalischen Carbonat und einem alkalischen Silikat ausgewählt ist.

5. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie weiterhin ein nichtionisches Tensid umfasst.

6. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Perpropionsäure in einer Konzentration von 0,05 bis 4,5 mol/l vorliegt.

7. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie bei einem pH zwischen 7 und 10 gepuffert ist.

8. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie gewichtsmäßig in Bezug auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung Folgendes umfasst:

- 4 bis 16% Perpropionsäure,
- 0,1 bis 2% Dipicolinsäure,
- 0,5 bis 5% Natriumhydroxyethylendiethylphosphonat,
- 5 bis 20% Tensid,
- 2 bis 20% eines Alkalisierungsmittels und
- 5 bis 15% alkalischen Puffer.

9. Verfahren zum Dekontaminieren von phosphororganischen oder schwefelorganischen toxischen Substanzen und/oder Umweltgiften, umfassend das Inkontaktbringen der toxischen Substanz und/oder des Umweltgifts mit einer Zusammensetzung wie in einem der vorhergehenden Ansprüche definiert.

10. Verfahren zur Erzeugung einer dekontaminierenden Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch**

gekennzeichnet, dass sie die folgenden aufeinanderfolgenden Schritte umfasst:

- a) Erzeugen einer Herstellung, umfassend Perpropionsäure, Dipicolinsäure und Hydroxyethylidendiphosphonsäure,
- b) Lösen der in Schritt a) erzeugten Zusammensetzung in einer wässrigen Zusammensetzung, umfassend ein Tensid bestehend aus einem Aminoxid und ein Alkalisierungsmittel.

11. Verfahren zur Erzeugung einer dekontaminierenden Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie die folgenden aufeinanderfolgenden Schritte umfasst:

- a) Erzeugen einer Zusammensetzung, umfassend Perpropionsäure und Dipicolinsäure,
- b) Lösen der in Schritt a) erzeugten Zusammensetzung in einer wässrigen Zusammensetzung, umfassend ein Tensid, ein Alkalisierungsmittel und ein Salz der Hydroxyethylidendiphosphonsäure, vorzugsweise Natriumhydroxyethylidendiphosphonat.

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- WO 0130452 A [0015]
- EP 0894512 A [0016]
- FR 2462425 [0024]
- FR 2464947 [0024]
- FR 2519634 [0024]

Littérature non-brevet citée dans la description

- **C.A. BUNTON et al.** *J. Am. Chem. Soc.*, 1973, vol. 95, 2912 [0034]
- **L. HORNER et al.** *Phosphorus and Sulfur*, 1981, vol. 11, 339 [0034]