



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 1996/10/23  
 (87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 1997/05/01  
 (45) Date de délivrance/Issue Date: 2006/02/14  
 (85) Entrée phase nationale/National Entry: 1998/04/20  
 (86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 1996/001655  
 (87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 1997/015387  
 (30) Priorité/Priority: 1995/10/25 (95/12587) FR

(51) Cl.Int./Int.Cl. *B01J 2/04* (2006.01)  
 (72) Inventeurs/Inventors:  
 GUERIN, GILLES, FR;  
 MORVAN, MIKEL, FR  
 (73) Propriétaire/Owner:  
 RHODIA CHIMIE, FR  
 (74) Agent: ROBIC

(54) Titre : GRANULES REDISPERSABLES DANS L'EAU COMPRENANT UNE MATIERE ACTIVE SOUS FORME LIQUIDE ET UN TENSIO-ACTIF DU TYPE SULFONATE  
 (54) Title: WATER-REDISPERSIBLE GRANULES INCLUDING A LIQUID ACTIVE MATERIAL AND A SULPHONATE-TYPE SURFACTANT

(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention a pour objet des granulés redispersables dans l'eau comprenant: au moins une matière active sous forme de liquide hydrophobe; au moins un tensio-actif ionique choisi parmi les acides alkylsulfoniques, les alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, ou leurs mélanges; au moins un composé hydrosoluble choisi parmi les sucres et leurs dérivés. L'invention a de même pour objet un procédé de préparation de tels granulés consistant à mettre en oeuvre les étapes suivantes: on prépare une émulsion dans l'eau d'au moins une matière active, d'au moins un tensio-actif ionique, d'au moins un composé hydrosoluble, on sèche l'émulsion ainsi obtenue.

**PCT**ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE  
Bureau international

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

|   |           |  |
|---|-----------|--|
| <b>(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> :</b><br><b>B01J 2/04</b>  | <b>A1</b> | <b>(11) Numéro de publication internationale:</b> <b>WO 97/15387</b><br><b>(43) Date de publication internationale:</b> 1er mai 1997 (01.05.97)  |
| <b>(21) Numéro de la demande internationale:</b> PCT/FR96/01655<br><b>(22) Date de dépôt international:</b> 23 octobre 1996 (23.10.96)<br><b>(30) Données relatives à la priorité:</b><br>95/12587 25 octobre 1995 (25.10.95) FR<br><b>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US):</b> RHONE-POULENC CHIMIE [FR/FR]; 25, quai Paul-Doumer, F-92408 Courbevoie Cédex (FR).<br><b>(72) Inventeurs; et</b><br><b>(75) Inventeurs/Déposants (US seulement):</b> GUERIN, Gilles [FR/FR]; 17, avenue Edouard-Detaille, F-95600 Eaubonne (FR). MORVAN, Mikel [FR/FR]; 30-32, rue de Belfort, F-92400 Courbevoie (FR).<br><b>(74) Mandataire:</b> FABRE, Madeleine-France; Rhône-Poulenc Chimie, Direction de la Propriété Industrielle, 25, quai Paul-Doumer, F-92408 Courbevoie Cédex (FR). |           | <b>(81) Etats désignés:</b> AL, AM, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CU, CZ, EE, GE, HU, IL, IS, JP, KG, KP, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MD, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK, TR, TT, UA, US, UZ, VN, brevet ARIPO (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).<br><br><b>Publiée</b><br><i>Avec rapport de recherche internationale.</i> |
| <b>(54) Title:</b> WATER-REDISPERSIBLE GRANULES INCLUDING A LIQUID ACTIVE MATERIAL AND A SULPHONATE-TYPE SURFACTANT   |           |  |
| <b>(54) Titre:</b> GRANULES REDISPERSABLES DANS L'EAU COMPRENANT UNE MATIERE ACTIVE SOUS FORME LIQUIDE ET UN TENSIO-ACTIF DU TYPE SULFONATE   |           |  |
| <b>(57) Abstract</b>  |           |  |
| <p>Water-redispersible granules including at least one active material in the form of a hydrophobic liquid, at least one ionic surfactant selected from at least partially salted alkylsulphonic acids, alkylarylsulphonic acids or mixtures thereof, and at least one water-soluble compound selected from sugars and derivatives thereof, are disclosed. A method for preparing such granules by preparing an aqueous emulsion of at least one active material, at least one ionic surfactant and at least one water-soluble compound, and drying the resulting emulsion, is also disclosed.</p>  |           |  |
| <b>(57) Abrégé</b>  |           |  |
| <p>La présente invention a pour objet des granulés redispersables dans l'eau comprenant: au moins une matière active sous forme de liquide hydrophobe; au moins un tensio-actif ionique choisi parmi les acides alkylsulfoniques, les alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, ou leurs mélanges; au moins un composé hydrosoluble choisi parmi les sucres et leurs dérivés. L'invention a de même pour objet un procédé de préparation de tels granulés consistant à mettre en oeuvre les étapes suivantes: on prépare une émulsion dans l'eau d'au moins une matière active, d'au moins un tensio-actif ionique, d'au moins un composé hydrosoluble, on sèche l'émulsion ainsi obtenue.</p>  |           |  |

**GRANULES REDISPERSABLES DANS L'EAU COMPRENANT  
UNE MATIERE ACTIVE SOUS FORME LIQUIDE  
ET UN TENSIO-ACTIF DU TYPE SULFONATE**

5

La présente invention a pour objet des granulés redispersables dans l'eau comprenant une matière active sous forme liquide, leur procédé de préparation et leur utilisation.

10 Dans certains domaines, comme par exemple ceux de l'alimentaire, de la cosmétique ou des peintures, on est conduit à préparer des formulations à partir de matières actives sous la forme de liquide hydrophobe. L'une des possibilités de formulation est de préparer des émulsions huile dans eau de telles matières.

15 Cependant, on se trouve en face de problèmes liés à la stabilité au stockage de ces émulsions. En effet, il est courant de constater une séparation de phases plus ou moins importante des constituants de l'émulsion. En outre, on peut être confronté à des problèmes de désactivation de la matière active, ladite matière active pouvant se dégrader par hydrolyse lors du stockage.

20 Enfin, il n'est pas à négliger le fait que pour être facilement manipulable et pompable de telles formulations présentent des teneurs relativement peu élevées en matière active et une quantité d'eau importante.

La présente invention a donc pour objectif de proposer une alternative originale aux problèmes mentionnés ci-dessus en ce sens que les formulations proposées sont des poudres contenant des concentrations élevées en matière active initialement sous forme de liquide hydrophobe.

25 Ainsi, elle a pour objet des granulés redispersables dans l'eau comprenant :

- au moins une matière active sous forme de liquide hydrophobe,
- au moins un tensio-actif ionique choisi parmi les acides alkylsulfoniques, les alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, ou leurs mélanges,
- au moins un composé hydrosoluble choisi parmi les sucres et leurs dérivés.

30 L'invention a de même pour objet un procédé de préparation de tels granulés consistant à mettre en oeuvre les étapes suivantes :

- on prépare une émulsion dans l'eau d'au moins une matière active, d'au moins un tensio-actif ionique, d'au moins un composé hydrosoluble,
- on sèche l'émulsion ainsi obtenue.

35 Les granulés selon la présente invention présentent de nombreux avantages.

Tout d'abord, leur mise en forme permet d'éviter tous les problèmes dus à l'emploi d'émulsions. Ainsi, les problèmes d'instabilité au stockage sont évités, tels que notamment le crémage, la floculation, le mûrissement et la coalescence. Ces différents

phénomènes sont décrits dans "ENCYCLOPEDIA of EMULSIONS TECHNOLOGY", volume 1 par Paul BECHER aux éditions MARCEL DEKKER INC., 1983.

Un autre avantage de la présente invention est que les concentrations en matières actives peuvent être très élevées en comparaison avec les émulsions. Par conséquent, lors de l'utilisation de ces granulés, une plus faible quantité de granulés sera suffisante.

Par ailleurs, la mise en forme selon l'invention permet de résoudre le problème de la désactivation de la matière active lorsque celle-ci est sensible à l'hydrolyse.

La présente invention permet aussi de disposer d'une préformulation sous forme de granulés, donc plus facilement utilisable que des émulsions par exemple dans le cas où ladite préformulation est ajoutée à une formulation en poudre. En outre, les granulés selon l'invention, préparés à partir d'une émulsion, présentent l'avantage de se redisperser spontanément dans l'eau, pour donner à nouveau une émulsion présentant une granulométrie voisine de celle de l'émulsion initiale.

Enfin, la présente invention propose une solution aux problèmes de la mise en forme de produits liquides qui sont habituellement formulés par absorption sur un support. Ces formulations sont souvent peu concentrées en matière active et il peut se produire une séparation de phases entre le support et la matière active par migration de la matière active au cours du stockage.

Mais d'autres avantages et caractéristiques apparaîtront plus clairement à la lecture de la description et des exemples qui vont suivre.

Ainsi que cela a été indiqué auparavant, les granulés selon l'invention comprennent au moins une matière active sous la forme d'un liquide hydrophobe.

Toutes les matières actives conviennent à l'invention dans la mesure où elles se présentent à température ambiante sous forme de liquide non miscible ou très faiblement miscible dans l'eau ou sous une forme solubilisée dans un solvant organique. Par faiblement miscible, on entend des matières actives dont la solubilité dans l'eau ne dépasse pas 10 % en poids.

Par la suite, on entendra par matière active, soit la matière active pure, soit la matière active solubilisée dans un solvant, soit un solvant.

A titre d'exemple de matières actives dans le domaine de l'alimentaire, on peut citer les mono-, di- et triglycérides, les huiles essentielles, les arômes, les colorants.

A titre d'exemple de matières actives convenables pour la réalisation de l'invention, dans le domaine des peintures, on peut citer les résines alkydes, les résines époxy, les isocyanates bloqués ou non.

A titre d'exemple de matières actives dans le domaine de la cosmétique on peut citer les huiles silicones appartenant par exemple à la famille des diméthicones.

Dans le domaine du papier, on peut citer à titre d'exemple les résines de collage et d'hydrofugation telles que le dimère d'alkylcétène (AKD) ou l'anhydride alcényle succinique (ASA).

5 Dans le domaine de la détergence, on peut mentionner en tant que matière active possible les antimousses silicones.

Il est de même possible d'utiliser des matières actives telles que les lubrifiants pour le travail ou la déformation des matériaux.

Lorsque la matière active est un solvant ou un mélange de solvants, on met en oeuvre des solvants pas ou peu miscibles dans l'eau au sens précédemment indiqué.  
10 Parmi les solvants susceptibles d'être utilisés, on peut citer les solvants mis en oeuvre pour le nettoyage ou le décapage, tels que les coupes pétrolières aromatiques, les composés terpéniques comme le D-limonène, ou encore le L-limonène, ainsi que les solvants comme le Solvesso® (coupe pétrolière comprenant un mélange de composés aromatiques, riche en naphthalènes, commercialisé par la société EXXON). Conviennent  
15 aussi comme solvants, les esters aliphatiques, comme les esters méthyliques d'un mélange d'acides acétique, succinique et glutarique (mélange d'acides sous-produit de la synthèse du Nylon), les huiles comme l'huile de vaseline, et les solvants chlorés.

Bien évidemment, cette liste n'est donnée qu'à titre indicatif et ne saurait être exhaustive.

20 Les matières actives peuvent être mises en oeuvre telles quelles ou encore en présence d'un solvant organique. Plus particulièrement, ce solvant est choisi parmi les produits non solubles ou peu miscibles dans l'eau.

Par exemple, on peut mentionner les huiles minérales, les mono-, di- et triglycérides d'acides gras saturés ou insaturés ; il peut s'agir de triglycérides de  
25 synthèse ou naturels, les coupes pétrolières aromatiques, les composés terpéniques (D-limonène, L-limonène), les esters aliphatiques et les solvants chlorés.

Les granulés redispersables selon l'invention comprennent en outre au moins un tensio-actif ionique choisi parmi les acides alkylsulfoniques, les acides alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, ou leurs mélanges.

30 Pour ces tensio-actifs, le cation est en général un métal alcalin ou alcalino-terreux, tels que le sodium, le potassium, le lithium, le magnésium, ou un groupement ammonium  $NR_4^+$  avec R, identiques ou différents, représentant un radical alkyle possédant 1 à 6 atomes de carbone, substitué ou non par un atome d'oxygène.

A titre d'exemple, les tensio-actifs ioniques sont choisis parmi les acides  
35 alkylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, en  $C_8-C_{50}$ . Plus particulièrement, lesdits acides sont en  $C_8-C_{30}$ , et de préférence en  $C_{10}-C_{22}$ .

3a

Les acides alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, substitués par un à trois groupements alkyles en C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub> et/ou alcényles en C<sub>2</sub>-C<sub>30</sub> conviennent à la présente invention. Plus particulièrement lesdits groupements alkyles sont en C<sub>4</sub>-C<sub>16</sub>.

de préférence en C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>. Selon un mode plus particulier, les groupements alcényles sont en C<sub>4</sub>-C<sub>16</sub>, et de préférence en C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>.

Les acides benzène sulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, substitués par un à trois groupements alkyles et/ou alcényles tels que précédemment décrits, sont  
5 des produits convenant à la réalisation de l'invention.

On peut mentionner comme tensio-actif convenant particulièrement à la réalisation de l'invention, le lauryl benzène sulfonate de sodium.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, on utilise des tensio-actifs choisis parmi les acides alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés.

10 Les granulés redispersables selon l'invention comprennent en outre un composé hydrosoluble. Plus particulièrement, ce composé hydrosoluble est un solide choisi parmi les sucres et leurs dérivés. Conviennent à ce titre les oses (ou monosaccharides), les osides, les polyholosides fortement dépolymérisés. On entend des composés dont la masse moléculaire en poids est plus particulièrement inférieure à 20000 g/mole.

15 Parmi les oses on peut mentionner les aldoses tels que le glucose, mannose, galactose et les cétooses tels que le fructose.

Les osides sont des composés qui résultent de la condensation, avec élimination d'eau, de molécules d'oses entre elles ou encore de molécules d'oses avec des molécules non glucidiques. Parmi les osides on préfère les holosides qui sont formés  
20 par la réunion de motifs exclusivement glucidiques et plus particulièrement les oligoholosides (ou oligosaccharides) qui ne comportent qu'un nombre restreint de ces motifs, c'est-à-dire un nombre en général inférieur ou égal à 10. A titre d'exemples d'oligoholosides on peut mentionner le saccharose, le lactose, la cellobiose, le maltose.

Les polyholosides (ou polysaccharides) fortement dépolymérisés convenables  
25 sont décrits par exemple dans l'ouvrage de P. ARNAUD intitulé "cours de chimie organique", GAUTHIER-VILLARS éditeurs, 1987. Plus particulièrement, on met en oeuvre des polyholosides dont la masse moléculaire en poids est plus particulièrement inférieures à 20000 g/mole.

A titre d'exemple non limitatif de polyholosides fortement dépolymérisés, on peut  
30 citer le dextran, l'amidon, la gomme xanthane et les galactomannanes tels que le guar ou la caroube. Ces polysaccharides présentent de préférence un poids de fusion supérieur à 100°C et une solubilité dans l'eau comprise entre 50 et 500 g/l.

Les granulés redispersables de la présente invention peuvent contenir en outre au moins un tensio-actif supplémentaire. Plus particulièrement, le tensio-actif  
35 supplémentaire est ionique.

Les tensio-actifs supplémentaires ioniques peuvent plus particulièrement être des agents tensio-actifs amphotères, les alkylbétaines, les alkyltriméthylbétaines, les alkylamidopropylbétaines, les alkylamido-propyldiméthylbétaines, les alkyltriméthyl-

sulfobétaïnes, les dérivés d'imidazoline tels que les alkylamphoacétates, alkylampho-  
diacétates, alkylampho-propionates, alkyl-amphodipropionates, les alkylsultaïnes ou les  
alkylamidopropyl-hydroxysultaïnes, les produits de condensation d'acides gras et  
d'hydrolysats de protéines, les dérivés amphotères des alkylpolyamines comme  
5 l'Amphionic XL<sup>®</sup> commercialisé par Rhône-Poulenc, Ampholac 7T/X<sup>®</sup> et Ampholac  
7C/X<sup>®</sup> commercialisés par Berol Nobel .

On peut de même utiliser des agents tensio-actifs supplémentaires de type  
anionique, tels que les sels hydrosolubles d'alkylsulfates, d'alkyléthersulfates, les  
alkyliséthionates et les alkyltaurates ou leurs sels, les alkylcarboxylates, les  
10 alkylsulfosuccinates ou les alkylsuccinamates, les alkylsarcosinates, les dérivés alkylés  
d'hydrolysats de protéines, les acylaspartates, les phosphates esters d'alkyle et/ou  
d'alkyléther et/ou d'alkylaryléther. Le cation est en général un métal alcalin ou alcalino-  
terreux, tels que le sodium, le potassium, le lithium, le magnésium, ou un groupement  
ammonium  $NR_4^+$  avec R, identiques ou différents, représentant un radical alkyle  
15 substitué ou non par un atome d'oxygène ou d'azote.

Comme cela a été indiqué auparavant, les granulés redispersables selon  
l'invention, présentent des teneurs élevées en matière active. Ainsi, la teneur en matière  
active est comprise entre 40 et 90 parties en poids dans le granulé.

Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, la teneur en matière active  
20 est supérieure à 50 parties en poids. De préférence, cette teneur est d'au moins 70  
parties en poids.

La quantité de tensio-actif ionique est comprise entre 1 et 20 parties en poids  
dans le granulé. De préférence, cette teneur est comprise entre 2 et 10 parties en poids.

La quantité de composé hydrosoluble est comprise entre 7 et 50 parties en poids  
25 dans le granulé. Selon une variante particulière, cette quantité est comprise entre 8 et  
25 parties en poids.

Le rapport pondéral des concentrations entre le tensio-actif ionique et le composé  
hydrosoluble est compris entre 30 / 70 - 10 / 90.

Dans le cas où les granulés redispersables de l'invention comprennent un tensio-  
30 actif supplémentaire, le rapport pondéral des concentrations entre le tensio-actif ionique  
et le tensio-actif supplémentaire est compris entre 5 et 10.

Le procédé de préparation des granulés redispersables va maintenant être décrit.

Comme indiqué précédemment, le procédé consiste dans une première étape à  
préparer une émulsion dans l'eau, d'au moins une matière active, d'au moins un tensio-  
35 actif ionique, d'au moins un composé hydrosoluble.

L'émulsion peut aussi comprendre au moins un tensio-actif supplémentaire si un  
tel composé est employé.

Bien évidemment, dans le cas où des additifs sont nécessaires, on peut les ajouter lors de la formation de l'émulsion.

On peut mettre en oeuvre toutes les méthodes de préparation d'émulsions connues de l'homme du métier et qui sont décrites dans "ENCYCLOPEDIA of  
5 EMULSIONS TECHNOLOGY", volumes 1 à 3 de Paul BECHER édités par MARCEL DEKKER INC., 1983.

Ainsi, la méthode dite d'émulsification en phase directe convient à la préparation des granulés selon l'invention. Il est rappelé brièvement que cette méthode consiste à préparer un mélange contenant l'eau et le ou les tensio-actifs, y compris le composé  
10 hydrosoluble, puis à introduire la matière active sous forme liquide, sous agitation.

Une autre méthode convenable est l'émulsification par inversion de phases. Selon cette voie, on mélange la matière active avec le tensio-actif préférentiel et on introduit goutte à goutte et sous agitation, l'eau contenant les autres constituants tels que le composé hydrosoluble et éventuellement les tensio-actifs supplémentaires par exemple.  
15 A partir d'une certaine quantité d'eau introduite, il se produit une inversion de l'émulsion. On obtient alors une émulsion directe huile dans eau. On dilue ensuite l'émulsion obtenue dans l'eau de manière à obtenir une fraction volumique en phase dispersée appropriée.

On peut enfin préparer l'émulsion en mettant en oeuvre des broyeurs colloïdaux  
20 tels que MENTON GAULIN<sup>®</sup> et MICROFLUIDIZER<sup>®</sup> (MICROFLUIDICS). La granulométrie moyenne de l'émulsion est comprise entre 0,1 et 10 micromètres et préférentiellement entre 0,2 et 5 micromètres.

Selon une variante préférée de l'invention, on prépare au préalable un mélange comprenant l'eau et le composé hydrosoluble.

25 L'émulsification peut être réalisée à une température voisine de la température ambiante, bien que des températures plus faibles ou plus élevées soient envisageables.

La quantité de matière sèche de l'émulsion est généralement comprise entre 10 et 70 % en poids et préférentiellement entre 40 et 60% en poids.

Les teneurs respectives des divers constituants sont choisies de telle sorte que les  
30 granulés séchés présentent la composition définie auparavant.

La seconde étape du procédé de préparation selon l'invention consiste à sécher l'émulsion ainsi formulée pour obtenir des granulés.

Conviennent à ce titre la lyophilisation, qui correspond à une étape de congélation, suivie d'une étape de sublimation, ou bien encore le séchage par atomisation.

35 Ces modes de séchage, et plus particulièrement le dernier, sont particulièrement indiqués car ils permettent de conserver l'émulsion en l'état et d'obtenir directement des granulés.

Le séchage par pulvérisation peut s'effectuer de manière habituelle dans tout appareil connu tel que par exemple une tour d'atomisation associant une pulvérisation réalisée par une buse ou une turbine avec un courant de gaz chaud.

La température d'entrée du gaz chaud (en général de l'air), en tête de colonne, est de préférence compris entre 100 et 115°C et la température de sortie est de préférence comprise entre 55 et 65°C.

Il est à noter que des additifs, tels que les agents antimottants peuvent être incorporés aux granulés au moment de cette seconde étape de séchage. On recommande d'utiliser une charge choisie notamment parmi le carbonate de calcium, le sulfate de baryum, le kaolin, la silice, la bentonite, l'oxyde de titane, le talc, l'alumine hydratée et le sulfoaluminate de calcium.

Des exemples concrets mais non limitatifs vont maintenant être présentés.

15

#### EXEMPLE 1

On prépare une émulsion de composition suivante :

| <u>Composition</u>                  | <u>% poids</u> |
|-------------------------------------|----------------|
| huile de vaseline :                 | 40             |
| lactose :                           | 8              |
| laurylbenzène sulfonate de sodium : | 2              |
| eau :                               | 50             |

25

On réalise au préalable une préémulsion à l'aide d'un ULTRA-TURRAX® (IKA) par introduction de l'huile de vaseline dans l'eau contenant le tensio-actif et l'oligosaccharide. L'émulsion est ensuite introduite dans un broyeur colloïdal de type MICROFLUIDIZER-M110T® (MICROFLUIDICS).

La taille moyenne de l'émulsion mesurée à l'aide du granulomètre laser SYMPATEC® est de 0,5 micromètres

L'émulsion résultante est séchée au moyen d'un atomiseur de laboratoire type BUCHI®, avec une température d'entrée des gaz de 110°C.

On obtient des granulés présentant 80 % en poids d'huile.

35

La mise en contact des granulés avec l'eau entraîne leur dispersion spontanée et la formation d'une émulsion, qui après examen au microscope, présente une granulométrie voisine à celle de l'émulsion de départ.

**EXEMPLE 2**

On prépare une émulsion de composition suivante :

| 5 | <u>Composition</u>                | <u>% poids</u> |
|---|-----------------------------------|----------------|
|   | huile de vaseline                 | 40             |
|   | laurylbenzène sulfonate de sodium | 1              |
|   | amidon dépolymérisé (Glucidex*®)  | 9              |
|   | eau                               | 50             |

10

(\*) le Glucidex® est commercialisé par la société ROQUETTE.

On réalise au préalable une préémulsion à l'aide d'un ULTRA-TURRAX® par introduction de l'huile de vaseline dans l'eau contenant le tensio-actif et l'amidon. L'émulsion est ensuite introduite dans un broyeur colloïdal de type MICROFLUIDIZER-M110T®.

15

L'émulsion résultante est séchée au moyen d'un atomiseur de laboratoire type BUCHI®, avec une température d'entrée des gaz (air) de 110°C.

On obtient des granulés présentant 80 % en poids d'huile.

La mise en contact des granulés avec l'eau entraîne leur dispersion spontanée et la formation d'une émulsion, qui après examen au microscope, présente une granulométrie voisine à celle de l'émulsion de départ.

20

**EXEMPLE 3**

25

On prépare une émulsion de composition suivante :

| 30 | <u>Composition</u>                | <u>% poids</u> |
|----|-----------------------------------|----------------|
|    | huile de vaseline                 | 40             |
|    | laurylbenzène sulfonate de sodium | 2              |
|    | dextran *                         | 8              |
|    | eau                               | 50             |

35

(\*) le dextran est commercialisé par la société FLUKA. Sa masse moléculaire en nombre est égale à 1200 g/mole.

On réalise au préalable une préémulsion à l'aide d'un ULTRA-TURRAX® par introduction de l'huile de vaseline dans l'eau contenant le tensio-actif et le dextran.

L'émulsion est ensuite introduite dans un broyeur colloïdal de type MICROFLUIDIZER-M110T<sup>®</sup> (MICROFLUIDICS).

L'émulsion résultante est séchée au moyen d'un atomiseur de laboratoire type BUCHI<sup>®</sup>, avec une température d'entrée des gaz (air) de 110°C.

5 On obtient des granulés présentant 80 % en poids d'huile.

La mise en contact des granulés avec l'eau entraîne leur dispersion spontanée et la formation d'une émulsion, qui après examen au microscope, présente une granulométrie voisine à celle de l'émulsion de départ.

**REVENDEICATIONS**

1. Granulés redispersables dans l'eau, caractérisés en ce qu'ils comprennent :
  - au moins une matière active sous forme de liquide hydrophobe,
  - 5 - au moins un tensio-actif ionique choisi parmi les acides alkylsulfoniques, alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, ou leurs mélanges,
  - au moins un composé hydrosoluble choisi parmi les sucres et leurs dérivés.
2. Granulés selon la revendication 1, caractérisés en ce que le tensio-actif  
10 ionique est choisi parmi les acides alkylsulfoniques, totalement ou partiellement salifiés, en C<sub>8</sub>-C<sub>50</sub>.
3. Granulés selon la revendication 1, caractérisés en ce que le tensio-actif ionique est  
15 choisi parmi les acides alkylarylsulfoniques, partiellement ou totalement salifiés, substitués par un à trois groupements alkyles en C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>, et/ou alcényles en C<sub>2</sub>-C<sub>30</sub>.
4. Granulés selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisés en  
ce que le composé hydrosoluble est un solide choisi parmi les sucres et leurs  
dérivés.  
20
5. Granulés selon la revendication 4, caractérisés en ce que le composé  
hydrosoluble est choisi parmi les oses, les osides et les polyholosides fortement  
dépolymérisés.
- 25 6. Granulés selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisés en  
ce qu'ils comprennent en outre au moins un tensio-actif supplémentaire  
ionique.
7. Granulés selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisés en  
30 ce que la teneur en matière active est comprise entre 40 et 90 parties en poids dans  
le granulé.
8. Granulés selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisés en  
ce que la teneur en tensio-actif ionique est comprise entre 1 et 20 parties en poids  
35 dans le granulé .

9. Granulés selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisés en ce que la teneur en composé hydrosoluble est comprise entre 7 et 50 parties en poids dans le granulé.
- 5 10. Granulés selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisés en ce que le rapport pondéral des concentrations entre le tensio-actif ionique et le composé hydrosoluble est compris entre 30 / 70 et 10 / 90.
- 10 11. Granulés selon la revendication 6, caractérisé en ce que le rapport pondéral des concentrations entre le tensio-actif ionique et le tensio-actif supplémentaire est compris entre 5 et 10.
- 15 12. Procédé de préparation des granulés redispersables dans l'eau tels que définis à l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que l'on effectue les étapes suivantes :
- on prépare une émulsion dans l'eau d'au moins une matière active, d'au moins un tensio-actif ionique, d'au moins un composé hydrosoluble,
  - on sèche l'émulsion ainsi obtenue.
- 20 13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que l'on prépare une émulsion comprenant 10 à 70 % en poids de matières sèches.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 12 ou 13, caractérisé en ce que l'on effectue un séchage par atomisation.