

CONFÉDÉRATION SUISSE
INSTITUT FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(11) **CH** **721 142 A2**

Demande de brevet pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

(51) Int. Cl.: **A61K** **8/92** (2006.01)
A61K **8/02** (2006.01)
A61Q **19/00** (2006.01)
B01F **23/41** (2022.01)
B01F **23/45** (2022.01)
B01J **13/04** (2006.01)
A61K **9/50** (2006.01)

(12) **DEMANDE DE BREVET**

(21) Numéro de la demande: 001044/2024

(71) Requérant:
CAPSUM, 126 Boulevard Bara Heliopolis II
13013 MARSEILLE (FR)

(22) Date de dépôt: 19.09.2024

(72) Inventeur(s):
Goutayer Mathieu, 35400 Saint-Malo (FR)
Marine Truchet, 56340 CARNAC (FR)

(43) Demande publiée: 31.03.2025

(30) Priorité: 21.09.2023 FR 23 09993

(74) Mandataire:
LAVOIX LAUSANNE, Voie du Chariot 3
1003 LAUSANNE (CH)

(54) **Procédé de fabrication amélioré de dispersions suspensives stables**

(57) La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une dispersion comprenant des gouttes de phase grasse en suspension dans une phase aqueuse continue, le procédé comprenant au moins les étapes consistant à :

- fournir dans une première chambre au moins une phase grasse sous forme liquide, la phase grasse comprenant au moins une huile et optionnellement au moins un agent gélifiant lipophile ;
- fournir dans une deuxième chambre au moins une phase aqueuse sous forme liquide, la phase aqueuse comprenant de l'eau et au moins un agent gélifiant hydrophile ; la première chambre et la deuxième chambre étant reliées fluidiquement par un ou plusieurs canaux, de préférence par des micro-canaux ;
- guider la phase grasse de l'étape a. de la première chambre à travers le ou les canaux dans la deuxième chambre ; et
- exposer la phase aqueuse de la dispersion de l'étape c. à au moins un inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile, ce par quoi on obtient une dispersion comprenant des gouttes de phase grasse en suspension dans la phase aqueuse continue.

Description

[0001] L'invention concerne un procédé de fabrication d'une dispersion stable comprenant des gouttes d'au moins une phase grasse en suspension dans une phase aqueuse continue.

[0002] Il existe à ce jour des dispersions stables de gouttes, notamment macroscopiques, d'une phase grasse dispersée dans une phase aqueuse continue, obtenues à l'aide d'un procédé microfluidique tel que décrit dans WO2022106361 ou WO2023152031.

[0003] De tels procédés microfluidique sont particulièrement efficaces pour former des dispersions comprenant des gouttes de taille contrôlée.

[0004] En revanche, de tels procédés microfluidique ne permettent pas d'obtenir aisément des dispersions dans lesquelles les gouttes sont suspendues dans une phase aqueuse continue. En effet, les contraintes inhérentes aux procédés décrits dans WO2022106361 ou WO2023152031 imposent d'utiliser une phase aqueuse pas ou peu visqueuse afin d'assurer la bonne formation des gouttes. Après collecte de la dispersion, deux options sont envisageables pour former une dispersion suspensive. Premièrement, dans les cas où la phase aqueuse peut être conservée, sa viscosité est réhaussée par l'ajout d'un inducteur de gélification au moyen d'une étape ultérieure qui nécessite au préalable une collecte de la dispersion formée. Deuxièmement, dans les cas où la phase aqueuse ne peut pas être conservée, la dispersion est soumise à des étapes ultérieures de filtration, optionnellement lavage, puis redispersion dans une nouvelle phase aqueuse dotée de la viscosité, et donc de la suspensivité, attendue.

[0005] Toutes ces étapes ultérieures imposent donc des procédés de fabrication discontinus, ce qui constitue un inconvénient, notamment lorsqu'on cherche à produire des volumes importants, et encore plus à échelle industrielle.

[0006] Ces options présentent en outre plusieurs autres inconvénients, à savoir :

- la répartition homogène de l'inducteur de gélification dans la phase aqueuse (1° option) et les étapes de filtration/lavage/redispersion (2° option) induisent des cisaillements/contraintes fort(e)s qui peuvent altérer l'intégrité des gouttes ;
- il est souvent difficile, voire impossible, d'obtenir une répartition totalement homogène de l'inducteur de gélification dans la phase aqueuse (1° option) ; la viscosité et le pouvoir suspensif de la phase aqueuse à l'égard des gouttes n'est donc pas identique en tout point, pouvant ainsi conduire à une délivrance inhomogène de la dispersion et/ou un crémage localisé des gouttes ; et
- ces options ne sont pas ou peu compatibles lorsqu'on cherche à obtenir une phase aqueuse continue visqueuse, par exemple supérieure à 5000 cP (centipoise).

[0007] En définitive, des procédés tels que décrits dans WO2022106361 ou WO2023152031 souffrent d'une capacité opérationnelle globale limitée.

[0008] C'est donc un but général de faire progresser l'état de l'art relatif à la fabrication de dispersions et de proposer une alternative améliorée à l'art antérieur décrit précédemment.

[0009] En particulier, la présente invention a pour but de proposer un procédé de fabrication microfluidique qui, notamment par rapport à ceux décrits dans WO2022106361 et WO2023152031, est simplifié, aisément industrialisable et sans risque pour l'intégrité des gouttes, tout en demeurant satisfaisant en termes de capacité de contrôle précise de la taille des gouttes et optionnellement de l'épaisseur de leur enveloppe.

[0010] Ainsi, l'invention concerne un procédé de fabrication d'une dispersion stable comprenant des gouttes de phase grasse en suspension dans une phase aqueuse continue, le procédé comprenant au moins les étapes consistant à :

- a. fournir dans une première chambre au moins une phase grasse sous forme liquide, la phase grasse comprenant au moins une huile et optionnellement au moins un agent gélifiant lipophile ;
- b. fournir dans une deuxième chambre au moins une phase aqueuse sous forme liquide, la phase aqueuse comprenant de l'eau et au moins un agent gélifiant hydrophile ; la première chambre et la deuxième chambre étant reliées fluidiquement par un ou plusieurs canaux, de préférence par des micro-canaux ;
- c. guider la phase grasse de l'étape a. de la première chambre à travers le ou les canaux dans la deuxième chambre ; et
- d. exposer la phase aqueuse de la dispersion de l'étape c. à au moins un inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile, ce par quoi on obtient une dispersion comprenant des gouttes de phase grasse en suspension dans la phase aqueuse continue.

[0011] La dispersion obtenue à l'issue de l'étape d. peut être récupérée dans un récipient.

[0012] De préférence, l'étape d. est réalisée en amont du récipient dans lequel la dispersion est dédiée à être stockée et/ou conditionnée. Ce récipient peut être par exemple une cuve de stockage ou un packaging définitif, comme décrit ci-après.

[0013] L'invention concerne également une composition, notamment cosmétique, comprenant au moins une dispersion produite selon le procédé selon l'invention, optionnellement en association avec un milieu physiologiquement acceptable.

[0014] Sauf indication contraire, dans tout ce qui suit, on considère qu'on se trouve à la température ambiante (par exemple $T=25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) et pression atmosphérique (760 mm de Hg, soit $1,013 \cdot 10^5$ Pa ou 10^{13} mbar).

[0015] Dans le cadre de la présente invention, les dispersions susmentionnées peuvent être désignées indifféremment par le terme „émulsions“.

[0016] Par „stable“ ou „stabilité cinétique“, on entend désigner, au sens de la présente invention, à température ambiante et pression atmosphérique, une dispersion dont la phase aqueuse continue est apte à suspendre les gouttes de phase grasse dispersée pendant une période de temps supérieure ou égale à 1 mois, de préférence supérieure ou égale à 3 mois, mieux supérieure ou égale à 6 mois, et tout particulièrement supérieure ou égale 12 mois. En outre, on entend désigner une dispersion dénuée de tout phénomène de crémage ou de sédimentation des gouttes de phase grasse dispersée dans la phase aqueuse continue, mais également dénuée d'opacification de la phase aqueuse, d'agrégation des gouttes entre elles, et notamment de coalescence ou de mûrissement d'Oswald des gouttes entre elles, d'adhésion des gouttes au packaging et de fuite de matières de la phase grasse dispersée vers la phase aqueuse continue, ou inversement.

[0017] Selon l'invention, le pH d'une dispersion est typiquement compris entre 4,0 et 8,0, en particulier entre 5,0 et 7,0.

[0018] De préférence, une dispersion selon l'invention ne comprend pas de tensioactif.

[0019] De préférence, une dispersion, en particulier la phase aqueuse continue, ne comprend pas de tensioactif hydrophile.

[0020] De préférence, une dispersion, en particulier la phase grasse dispersée, ne comprend pas de tensioactif lipophile.

[0021] De préférence, un procédé selon l'invention ne comprend pas d'étape d'évaporation, ou d'élimination, de solvant(s), notamment telle que décrite dans WO2022179982.

[0022] Il est entendu que les étapes a. et b. ne doivent pas nécessairement être exécutés dans cet ordre. Il peut également être possible d'effectuer d'abord l'étape b., puis l'étape a., ou les exécuter simultanément.

[0023] L'étape c. du procédé selon l'invention est avantageuse en ce qu'elle permet de générer dans la deuxième chambre une dispersion dans laquelle chaque goutte comprend la phase grasse de l'étape a. Lors de l'étape c., la phase aqueuse n'a pas encore été exposée à au moins un inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile. En d'autres termes, lors de l'étape c., la viscosité et la suspensivité de la phase aqueuse continue ne sont pas encore rehaussées. La dispersion de l'étape c. peut donc être qualifiée de dispersion non suspensive. La dispersion de l'étape c. peut également être qualifiée de „dispersion transitoire“ ou „dispersion transitoire non suspensive“. L'utilisation de l'étape c. d'émulsification, c'est-à-dire de guidage de la phase grasse de l'étape a. à travers les micro-canaux, permet de contrôler avec précision la taille et d'assurer une répartition uniforme de la taille des gouttes de phase grasse dispersées dans la phase aqueuse continue. De plus, le procédé permet une production de gouttes rapide, de l'ordre de 100 g/h ou plus, voire jusqu'à 500 g/h.

[0024] L'étape d. du procédé selon l'invention permet de rehausser la viscosité et la suspensivité de la phase aqueuse continue, ce par quoi on obtient une dispersion stable et suspensive à l'égard des gouttes de phase grasse. La dispersion formée à l'étape d. peut donc être qualifiée de „dispersion suspensive“, de „dispersion suspensive finale“ ou de „dispersion finale“.

[0025] Selon un mode de réalisation particulier, il est entendu que les étapes c. et d. peuvent être exécuter simultanément, notamment lorsque l'étape d. est réalisé directement dans la deuxième chambre et/ou lorsque le procédé fonctionne selon un régime continu, comme décrit plus en détails ci-après.

[0026] Dans le cadre de la présente invention, lorsque les gouttes comprennent une enveloppe, le terme „goutte“ peut être désigné indifféremment par le terme „capsule“.

[0027] Par „microcanal“, au sens de la présente invention, on entend désigner un canal ayant un diamètre interne inférieur à 4 mm, de préférence compris entre 1 μm et 4 mm, et en particulier entre 10 μm et 1 mm. Un canal au sens de la présente invention peut indifféremment être désigné par „conduit“, „micro-conduit“, „micro-canal“, „tuyau“ ou „micro-tuyau“. Par „canal“, on entend un tube ou un conduit configuré notamment pour transporter des substances chimiques, sous forme fluide tel qu'un liquide ou un gaz.

[0028] Un canal peut notamment être décrit comme une structure allongée et étroite, généralement de section circulaire ou rectangulaire, qui sert à guider le flux d'un fluide d'un point à un autre dans un dispositif microfluidique. Pour éviter toute ambiguïté, un canal ou microcanal est distinct et différent d'une chambre telle que décrite dans WO2021037999 ou dans le dispositif microfluidique selon l'invention, de type „step-émulsification“, et illustré en figure 3.

[0029] Par „chambre“, on entend par un conteneur configuré pour accueillir et stocker au moins temporairement des substances chimiques, sous forme fluide tel qu'un liquide ou un gaz. Typiquement, une chambre, en microfluidique, est

une zone élargie du dispositif où le fluide peut s'accumuler. Une chambre au sens de la présente invention désigne donc un espace confiné de plus grande taille qu'un canal ou microcanal, souvent de forme irrégulière, qui sert à contenir un volume de fluide, deux chambres pouvant être reliées par au moins un canal ou microcanal, à l'image du dispositif illustré en figure 3.

[0030] Ainsi, dans le cadre de la présente invention, une chambre est configurée pour un fonctionnement différent et présente un volume plus élevé par rapport à un canal. De ce fait, une chambre selon l'invention ne peut pas être considérée comme un canal. Dans le cadre de la présente invention, les chambres sont indépendantes, i.e. selon l'invention, une chambre ne se positionne pas à l'intérieur d'une autre chambre. De plus, les chambres selon l'invention sont reliées uniquement par le(s) canal(aux).

[0031] Selon un mode de réalisation, le procédé de l'invention est de type „émulsification étagée“ (en anglais, „step-emulsification“), dans lequel la première phase (phase grasse) et la deuxième phase (phase aqueuse) sont localisées dans des chambres distinctes séparées par au moins un microcanal ; le mélange de la première phase avec la deuxième phase est réalisé dans la deuxième chambre, après passage de la première phase à travers le microcanal.

[0032] Le procédé microfluidique de type „émulsification étagée“ est caractérisé en ce que le mélange de la première phase avec la deuxième phase est réalisé dans la deuxième chambre. Par contraste, la zone de rencontre des deux phases dans un procédé microfluidique de type „co-flow“ est toujours dans au moins un canal (ou conduit). Ainsi, un tel procédé de type „émulsification étagée“ est différent d'un procédé microfluidique de type „co-flow“.

[0033] La première chambre et la deuxième chambre sont typiquement séparées l'une de l'autre à l'exception du canal, ou des canaux, reliant la première chambre à la deuxième chambre. Une chambre telle qu'utilisée ici est configurée pour être remplie d'au moins une solution. Typiquement, les chambres sont fermées à l'exception des entrées, canaux et sorties. La première chambre comporte typiquement une première entrée de fluide pour l'introduction, notamment en continue, de la phase grasse de l'étape a. dans la première chambre et la deuxième chambre présente une deuxième entrée pour introduire, notamment en continu, la phase aqueuse de l'étape b dans la deuxième chambre. Selon un mode de réalisation particulier, la deuxième chambre peut également présenter une troisième entrée pour introduire, notamment en continu, l'inducteur de gélification, notamment sous forme d'une solution additionnelle telle que décrite ci-après, dans la deuxième chambre. La deuxième chambre comporte également une sortie pour évacuer, de préférence en continu, la dispersion formée lors de l'étape c., voire lors de l'étape d. lorsque cette dernière est réalisée en tout ou partie dans la deuxième chambre.

[0034] Il est entendu que le ou les canaux comprennent chacun une entrée débouchant dans la première chambre et une sortie débouchant dans la deuxième chambre. Ainsi, le ou les canaux sont directement reliés à la première chambre et à la deuxième chambre. Typiquement, la première chambre et la deuxième chambre sont reliées fluidiquement par plusieurs canaux, par exemple au moins 10, au moins 20, au moins 30, au moins 50 ou au moins 100 canaux. De préférence, la première chambre et la deuxième chambre sont fluidiquement reliées par 1 à 10 000 000, de préférence 20 à 500 000, et mieux 50 à 200 000 canaux. Typiquement, les canaux sont agencés essentiellement parallèlement les uns aux autres.

[0035] Par exemple, le ou les canaux peuvent avoir un diamètre compris entre 0,25 et 2000 μm , de préférence entre 0,5 et 800 μm , mieux entre 1 et 500 μm , voire entre 2 et 250 μm . Les multiples canaux de la membrane sont typiquement des microcanaux. Par exemple, chaque canal peut avoir une section transversale de 0,04 μm^2 à 4 000 000 μm^2 , de préférence de 4 μm^2 à 640 000 μm^2 .

[0036] Selon une première variante de réalisation, tous les canaux ont un diamètre identique, ce qui permet d'obtenir des gouttes monodisperses.

[0037] Selon une deuxième variante de réalisation, les canaux ont des diamètres différents, ce qui permet d'obtenir des gouttes polydisperses, avec une polydispersités maîtrisées.

[0038] Dans d'autres modes de réalisation, le rapport „longueur de canal / diamètre minimum“ peut être compris entre 5 et 1000, de préférence entre 10 et 500, en particulier entre 10 et 50. Dans certains modes de réalisation, la longueur du canal peut être compris entre 0,05 mm et 20 mm, en particulier entre 0,1 mm et 20 mm, en particulier entre 0,1 mm et 5 mm, en particulier entre 0,5 et 20 mm.

[0039] Dans certains modes de réalisation, chaque canal comprend une sortie de canal avec une section transversale qui est plus grande que la section transversale de la partie restante du canal respectif. Dans la direction longitudinale, c'est-à-dire dans la direction d'écoulement, la sortie de canal a une longueur typique de quelques micromètres, par exemple 200 μm à 20 mm, de préférence 500 μm à 5 mm. La sortie du canal peut par exemple être en forme d'entonnoir, en forme de V ou en forme de U, comme décrit dans WO2022106361. Dans certains modes de réalisation, la sortie du canal peut avoir un contour elliptique. En particulier, la sortie du canal n'est pas à symétrie de révolution, présentant ainsi un rapport longueur/largeur de 3 et plus. Par conséquent, la sortie du canal peut ne pas avoir une section transversale de forme circulaire ou carrée. Une telle sortie de canal permet le détachement d'une goutte sans force extérieure. Par conséquent, la formation de gouttes est découplée et donc essentiellement indépendante du débit. Selon l'équation d'Young-Laplace, la pression à une interface liquide non miscible est plus élevée à la sortie des canaux que dans le deuxième réservoir. Ainsi, un gradient de pression le long de la direction de l'écoulement est généré, ce qui provoque le détachement du fil de fluide en gouttes individuelles. Ainsi, un gradient de pression est généré à l'extrémité du canal, ce qui facilite le détachement de

la couche limite des fluides et donc la formation des gouttes individuelles. Lorsqu'elle atteint la sortie du canal, le gradient de pression de la phase dispersée à l'intérieur et à l'extérieur du canal d'une goutte se détache sans force extérieure.

[0040] Typiquement, chaque canal est défini par des parois de canal. Les parois du canal peuvent être incurvées, c'est-à-dire que les parois du canal peuvent avoir une forme convexe ou concave vers la sortie du canal. En outre, chaque canal peut comprendre un étranglement avec une section transversale qui est plus petite que la section transversale du reste du canal et dans lequel l'étranglement est agencé adjacent à la sortie du canal. Ainsi, le rétrécissement est disposé entre la sortie du canal et le reste du canal.

[0041] Dans d'autres modes de réalisation, la section transversale de chaque sortie de canal est de 0,12 à 36 000 000 μm^2 , de préférence de 12 à 5 760 000 μm^2 . En particulier, la surface ouverte totale du second côté de la membrane peut être de 300 % à 1 500 %, de préférence de 400 % à 900 %, supérieure à la surface ouverte totale des canaux à toute autre position donnée, telle que la section principale et/ou les entrées du canal.

[0042] Dans certains modes de réalisation, le ou les canaux peuvent être compris dans une membrane séparant la première chambre de la deuxième chambre. Dans de tels modes de réalisation, la membrane peut être plate, par exemple en forme de disque. La membrane a typiquement un premier côté faisant face à la première chambre et un deuxième côté, étant opposé au premier côté et faisant face à la deuxième chambre. Ainsi, le premier côté de la membrane peut limiter partiellement la première chambre et le deuxième côté de la membrane peut limiter partiellement la deuxième chambre. Le ou les canaux, typiquement des canaux multiples, s'étendent du premier côté au second côté à travers la membrane. Chaque canal comprend une entrée de canal disposée du premier côté, une sortie de canal disposée du second côté et une section principale étant disposée entre l'entrée de canal et la sortie de canal.

[0043] La membrane peut typiquement être une membrane monocouche. C'est-à-dire que la membrane est faite d'une seule pièce. De préférence, une telle membrane est réalisée dans un matériau massif et ne contient pas d'interfaces de phases ou de zones de transition en plus des multiples canaux de la membrane. Une telle membrane est avantageuse pour la qualité des gouttes générées, car toutes les interfaces et transitions de phase sont préjudiciables à la formation et à la stabilité des gouttes.

[0044] Dans certains modes de réalisation, la membrane peut être échangeable. Les multiples canaux de la membrane sont typiquement des micro-canaux. Par exemple, chaque canal peut avoir une section transversale de 0,04 μm^2 à 4 000 000 μm^2 , de préférence de 4 μm^2 à 640 000 μm^2 .

[0045] Dans d'autres modes de réalisation, la sortie du canal peut être en forme de coin. En particulier, la sortie de canal peut comprendre une section transversale elliptique par rapport à un plan transversal perpendiculaire au canal s'étendant, c'est-à-dire que la sortie de canal peut être plus grande dans une première direction que dans une seconde direction. Dans d'autres modes de réalisation, le second côté de la membrane comprend une surface ouverte totale qui est supérieure à la surface ouverte totale du premier côté. Une telle membrane présente l'avantage de générer des gouttes de haute qualité, même à des débits allant jusqu'à 5 l/h. Dans certains modes de réalisation, le débit par canal peut être compris entre 1 $\mu\text{l/h}$ et 50 ml/h, de préférence entre 10 $\mu\text{l/h}$ et 5 ml/h.

[0046] Dans certains modes de réalisation, chaque sortie de canal peut avoir un contour elliptique. Ainsi, la sortie du canal peut avoir une section transversale elliptique par rapport à un plan étant transversal au canal s'étendant et étant parallèle au premier ou second côté de la membrane. Les sorties de canal avec un contour elliptique ont un effet bénéfique sur la qualité des gouttes formées, car tout bord à l'intérieur du canal peut conduire à des gouttes instables et inhomogènes.

[0047] Dans certains modes de réalisation, la membrane est en forme de disque. Une telle membrane peut avoir un contour circulaire. Alternativement, la membrane peut avoir un contour anguleux, notamment triangulaire ou rectangulaire.

[0048] Dans d'autres modes de réalisation, la membrane comprend 0,06 à 600 000 canaux/cm², de préférence 20 à 30 000 canaux/cm².

[0049] Dans certains modes de réalisation, la membrane est en verre ou en un matériau polymérique, tel que le poly(méth)acrylate de méthyle ou le PTFE ou en un matériau métallique, tel que l'acier.

Phase grasse

[0050] L'étape a. consiste à fournir dans la première chambre une phase grasse liquide comprenant au moins une huile et optionnellement au moins un agent gélifiant lipophile, de préférence un agent gélifiant lipophile thermosensible.

[0051] Par „phase grasse liquide“ au sens de la présente invention, on entend désigner une phase grasse (ou solution) non solide et en particulier apte à s'écouler sous son propre poids et à traverser les canaux entre les première et deuxième chambres.

[0052] La viscosité de la phase grasse en étape a. est avantageusement inférieure à 500 cP (ou mPa.s), de préférence inférieure à 250 cP, en particulier inférieure à 100 cP, mieux inférieure à 50 cP, et tout particulièrement inférieure à 25 cP.

[0053] Une viscosité peut être mesurée selon la méthode décrite dans WO2017046305.

[0054] Si nécessaire, le caractère liquide de la phase grasse en étape a. peut être obtenue en chauffant cette phase grasse à une température supérieure à son point de fusion, et en particulier à une température supérieure au point de fusion le plus haut parmi le/les agent(s) gélifiant(s) lipophile(s) lorsque présent(s).

[0055] En particulier, la phase grasse peut être chauffée à une température comprise entre 50°C et 150°C, de préférence entre 60°C et 110°C, et mieux entre 70°C et 90°C.

[0056] Avantageusement, la première chambre comprend un organe de chauffe pour maintenir la phase grasse à une température supérieure à son point de fusion et ainsi garantir que cette phase grasse demeure fluide dans la première chambre et pour la réalisation de l'étape c.

[0057] Pour des raisons évidentes, la phase grasse dispersée et la phase aqueuse continue sont sensiblement immiscibles.

[0058] Par „sensiblement immiscible“ au sens de la présente invention, on entend désigner que la solubilité d'une première phase dans une deuxième phase est inférieure avantageusement à 5 % en masse, et inversement.

[0059] Selon un mode de réalisation, une dispersion selon l'invention comprend avantageusement entre 1% et 70%, de préférence entre 5% et 50%, mieux entre 10% et 40%, et tout particulièrement entre 15% et 30%, en poids de phase grasse par rapport au poids total de la dispersion.

Huile(s)

[0060] On entend par „huile“ un corps gras liquide à la température ambiante.

[0061] Comme huiles utilisables selon l'invention, on peut citer par exemple :

- les huiles hydrocarbonées d'origine végétale, telles que l'huile de jojoba hydrogénée, l'huile de tournesol hydrogénée, l'huile de ricin hydrogénée, l'huile de coprah hydrogénée ;
- les huiles hydrocarbonées d'origine animale, telles que le perhydrosqualène et le squalane ;
- les esters et les éthers de synthèse, notamment d'acides gras, comme les huiles de formules R_1COOR_2 et R_1OR_2 dans laquelle R_1 représente le reste d'un acide gras en C8 à C29, et R_2 représente une chaîne hydrocarbonée, ramifiée ou non, en C3 à C30, comme par exemple l'huile de Purcellin, l'isononanoate d'isononyle, le néopentanoate d'isodécyle, le myristate d'isopropyle, le palmitate d'éthyl-2-hexyle, le stéarate d'octyl-2-dodécyle, l'érucate d'octyl-2-dodécyle, l'isostéarate d'isostéaryle ; les esters hydroxylés comme l'isostéaryl lactate, l'octylhydroxystéarate, l'hydroxystéarate d'octyldodécyle, le diisostéaryl-malate, le citrate de triisocétyle, les heptanoates, octanoates, décanoates d'alcools gras ; les esters de polyol, comme le dioctanoate de propylène glycol, le diheptanoate de néopentylglycol et le diisononanoate de diéthylèneglycol ; et les esters du pentaérythritol comme le tétra-bénénate de pentaérythrityle (DUB PTB) ou le tétraisostéarate de pentaérythrityle (Prisorine 3631) ;
- les hydrocarbures linéaires ou ramifiés, d'origine minérale ou synthétique, tels que les huiles de paraffine, volatiles ou non, et leurs dérivés, la vaseline, les polydécènes, le polyisobutène hydrogéné tel que l'huile de Parléam ;
- les huiles de silicone, comme par exemple les polyméthylsiloxanes (PDMS) volatiles ou non à chaîne siliconée linéaire ou cyclique, liquides ou pâteux à température ambiante, notamment les cyclopolydiméthylsiloxanes (cyclo-méthicones) telles que la cyclohexasiloxane et la cyclopentasiloxane ; les polydiméthylsiloxanes (ou diméthicones) comportant des groupements alkyle, alcoxy ou phényle, pendant ou en bout de chaîne siliconée, groupements ayant de 2 à 24 atomes de carbone ; les silicones phénylées comme les phényltriméthicones, les phényldiméthicones, les phényltriméthylsiloxydiphényl-siloxanes, les diphényl-diméthicones, les diphénylméthylidiphényl trisiloxanes, les 2-phényléthyltriméthyl-siloxysilicates, et les polyméthylphénylsiloxanes ;
- les alcools gras ayant de 8 à 26 atomes de carbone, comme l'alcool cétylique, l'alcool stéarylique et leur mélange (alcool cétylstéarylique), ou encore l'octyldodécanol ;
- les huiles fluorées partiellement hydrocarbonées et/ou siliconées comme celles décrites dans le document JP-A-2-295912 ;
- et leurs mélanges.

[0062] Selon un mode de réalisation préféré, l'huile est choisie dans le groupe constitué de l'isononanoate d'isononyle, de la diméthicone, de l'isohexadécane, du polydiméthylsiloxane, de l'octyldodécanol, du néopentanoate d'isodécyle et de leurs mélanges.

[0063] Selon un autre mode de réalisation préféré, la phase grasse ne comprend pas d'huile de silicone, et de préférence ne comprend pas de polydiméthylsiloxane (PDMS).

[0064] L'homme du métier saura ajuster la nature et/ou la teneur en huile(s), notamment pour assurer une stabilité satisfaisante de la dispersion selon l'invention et conserver les effets techniques avantageux précités.

[0065] Selon un mode de réalisation, une dispersion selon l'invention comprend avantageusement entre 50 % et 99 %, de préférence entre 60% et 90%, et mieux entre 70 % et 80%, en poids d'huile(s) par rapport au poids total de la phase grasse, voire du cœur des gouttes lorsque ces dernières comprennent une enveloppe.

Agent gélifiant lipophile

[0066] Un agent gélifiant lipophile, c'est-à-dire soluble ou dispersible dans la phase grasse, peut être choisi parmi les agents gélifiants organiques ou minéraux, polymériques ou moléculaires ; les corps gras solides à température et pression ambiante, notamment choisis parmi les cires, les corps gras pâteux, les beurres ; et leurs mélanges, et de préférence parmi les gélifiants polymériques.

[0067] De tels agents gélifiant lipophiles sont notamment décrits dans WO2019002308.

[0068] Parmi les gélifiants lipophiles pouvant être utilisés dans la présente invention, on peut citer les esters de dextrine et d'acide gras, tels que les palmitates de dextrine. Parmi les esters de dextrine et d'acide(s) gras, on peut par exemple citer les palmitates de dextrine, les myristates de dextrine, les palmitates/éthylhexanoates de dextrine et leurs mélanges. On peut notamment citer les esters de dextrine et d'acide(s) gras commercialisés sous les dénominations Rheopearl® KL2 (nom INCI: dextrin palmitate), Rheopearl® TT2 (nom INCI: dextrin palmitate ethylhexanoate), et Rheopearl® MKL2 (nom INCI: dextrin myristate) par la société Miyoshi Europe, également le dextrin palmitate commercialisé par The Innovation Company.

[0069] On peut également citer le THIXCIN® R de Elementis Specialties (INCI: Trihydroxystearin), l'OILKEMIA™ 5S polymer de la société Lubrizol (INCI: Caprylic/Capric Triglyceride (and) Polyurethane-79), l'Estogel M de PolymerExpert (INCI: CASTOR OIL / IPDI COPOLYMER & CAPRYLIC / CAPRIC TRIGLYCERIDE), l'Hydrogenated Castor Oil/Sebacic Acid Copolymer ainsi que ses dérivés, notamment commercialisés respectivement sous les dénominations Estogel Green (ou Estogel G) et Estogel Green 40 par PolymerExpert, et leurs mélanges.

[0070] Avantageusement, un agent gélifiant lipophile est un agent gélifiant thermosensible, c'est-à-dire un agent gélifiant qui réagit à la chaleur, et notamment qui est solide à température ambiante et liquide à une température supérieure à 50°C, de préférence supérieure à 60°C.

[0071] Avantageusement, un agent gélifiant lipophile est un agent gélifiant thixotrope ou apte à conférer à la phase grasse un comportement thixotrope. Un tel agent gélifiant thixotrope est notamment choisi parmi les silices pyrogénées éventuellement traitées hydrophobes.

[0072] Selon l'invention, une dispersion selon l'invention peut comprendre entre 0,5% et 30%, de préférence entre 1% et 25%, en particulier entre 1,5% et 20%, mieux entre 2% et 15%, et tout particulièrement entre 5% et 12%, en poids d'agent(s) gélifiant(s) lipophile(s) par rapport au poids total de la phase grasse.

[0073] Selon un mode de réalisation particulier, la phase grasse peut en outre comprendre au moins une, de préférence une unique, goutte interne d'une phase interne sensiblement immiscible avec la phase grasse. Dans ce cas, la phase grasse peut également être désignée par „phase intermédiaire“ ou „phase grasse intermédiaire“.

[0074] Selon ce mode de réalisation, la phase dispersée peut être désignée par „émulsion inverse“.

[0075] Avantageusement, l'émulsion inverse comprend un rapport pondéral „phase interne / phase intermédiaire“ comprise entre 1 et 50, de préférence entre 2 et 25, mieux entre 3 et 10, et tout particulièrement entre 4 et 5.

[0076] Selon une première variante, la phase interne peut être une phase grasse. De couples d'huiles non miscibles sont notamment décrits dans FR3063893.

[0077] Selon une deuxième variante, la phase interne peut être une phase aqueuse, identique ou différente, de préférence différente, de la phase aqueuse de l'étape b. Cette variante de réalisation est notamment utile lorsqu'on cherche à former des capsules, comme décrit dans WO2022106361.

Composé(s) d'intérêt(s)

[0078] Dans certains modes de réalisation, la phase grasse de l'étape a. et/ou la phase interne lorsque présente, peu(ven)t en outre comprendre au moins un composé d'intérêt. Un composé d'intérêt peut être choisi parmi un actif biologique, un actif pharmaceutique et/ou un actif cosmétique, par exemple choisi parmi les agents hydratants, les agents cicatrisants, les agents dépigmentants, les filtres UV, les agents desquamants, les agents antioxydants, les actifs stimulant la synthèse des macromolécules dermiques et/ou épidermiques, les agents dermodécontractants, les agents anti-transpirants, les agents apaisants, les agents anti-âge, les agents parfumants, les anticoagulants, les antithrombogéniques, les agents anti-mitotiques, les agents anti-prolifération, antiadhésion, anti-migration, les promoteurs d'adhésion cellulaire, les facteurs de croissance, les molécules antiparasitaires, les anti-inflammatoires, les angiogéniques, les inhibiteurs de l'angiogenèse, les vitamines, les hormones, les protéines, les antifongiques, les molécules antimicrobiennes, les antiseptiques ou les antibiotiques, les arômes, les anticorps, les peptides, les enzymes, l'ARN, l'ADN, les micro-organismes, et leurs mélanges.

[0079] Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir les éventuels composé(s) d'intérêt(s) et/ou leur quantité au regard de la nature de la phase considérée et de telle manière que les propriétés avantageuses d'une dispersion et du procédé de fabrication selon l'invention ne soient pas ou substantiellement pas altérées par l'adjonction envisagée. Ces ajustements relèvent des connaissances générales de l'homme du métier

Phase aqueuse

[0080] L'étape b. consiste à fournir dans la deuxième chambre une phase aqueuse liquide comprenant de l'eau et au moins un agent gélifiant hydrophile.

[0081] Par „phase aqueuse liquide“ au sens de la présente invention, on entend désigner une phase aqueuse non solide et apte à assurer la formation des gouttes de phase grasse lors de l'étape c.

[0082] La viscosité de la phase aqueuse en étape b. est avantageusement inférieure à 500 cP (ou mPa.s), de préférence inférieure à 250 cP, en particulier inférieure à 100 cP, mieux inférieure à 50 cP, et tout particulièrement inférieure à 25 cP.

[0083] Si nécessaire, le caractère liquide de la phase aqueuse en étape b. peut être obtenue en chauffant cette phase aqueuse à une température supérieure à son point de fusion, et en particulier à une température supérieure au point de fusion le plus haut parmi le/les agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) thermosensible(s) présent(s).

[0084] En particulier, la phase aqueuse peut être chauffée à une température comprise entre 50°C et 150°C, de préférence entre 60°C et 110°C, et mieux entre 70°C et 90°C.

[0085] Avantageusement, la deuxième chambre comprend un organe de chauffe pour maintenir la phase aqueuse à une température supérieure à son point de fusion et ainsi garantir que cette phase aqueuse demeure fluide dans le dispositif microfluidique, notamment pour la réalisation de l'étape c.

[0086] Au vu de ce qui précède :

- lors de l'étape c., la phase aqueuse liquide peut être caractérisée de „phase aqueuse non gélifiée“ ou de „phase aqueuse non suspensive“ à l'égard des gouttes ; et
- après l'étape d., la phase aqueuse peut être caractérisée de „phase aqueuse gélifiée“ ou de „phase aqueuse suspensive“ à l'égard des gouttes.

[0087] En particulier, c'est la phase aqueuse gélifiée, et donc la phase aqueuse obtenue à l'issue de l'étape d., qui confère en tout ou partie la suspension, et donc la stabilité, d'une dispersion selon l'invention.

[0088] En particulier, la phase aqueuse gélifiée est dotée d'une valeur seuil d'écoulement adaptée pour assurer la suspension (ou suspensivité) des gouttes sur une période de temps supérieure ou égale à 1 mois, de préférence supérieure ou égale à 3 mois, mieux supérieure ou égale à 6 mois, et tout particulièrement supérieure ou égale 12 mois.

[0089] Ainsi, à température ambiante et pression atmosphérique, la phase aqueuse obtenue à l'issue de l'étape d. a avantageusement un seuil d'écoulement supérieur à 0,1 Pa, en particulier supérieur à 1 Pa, et de préférence compris entre 0,5 Pa et 100 Pa, en particulier entre 1 Pa et 75 Pa, tout particulièrement entre 2 Pa et 50 Pa, voire entre 5 Pa et 25 Pa, et mieux entre 10 Pa et 20 Pa.

[0090] Le seuil d'écoulement est mesuré à température ambiante et à pression ambiante par la méthode du balayage de taux de cisaillement en écoulement décrite dans H.A. Barnes, A Handbook of Elementary Rheology ; Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics. University of Wales, 2000 ou <http://www.tainstruments.com/pdf/literature/RH025.pdf>.

[0091] De préférence, la phase aqueuse d'une dispersion selon l'invention, notamment après l'étape d., est transparente ou tout du moins translucide. La propriété de transparence ou de translucidité peut être déterminée selon la méthode décrite dans WO2018/167309.

[0092] La phase aqueuse est avantageusement un fluide non newtonien. Il s'agit avantageusement d'un fluide rhéofluidifiant.

Eau

[0093] Une phase aqueuse ou solution aqueuse selon l'invention comprend de l'eau. Outre l'eau distillée ou déionisée, une eau convenant à l'invention peut être aussi une eau de source naturelle ou une eau florale.

[0094] Selon un mode de réalisation, le pourcentage massique d'eau de la phase aqueuse est d'au moins 50%, et mieux d'au moins 60%, notamment compris entre 70% et 98%, et préférentiellement compris entre 75% et 95%, par rapport à la masse totale de ladite phase aqueuse dispersée.

Agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s)

[0095] Dans le cadre de la présente invention, un agent gélifiant hydrophile permet, après exposition de la phase aqueuse à au moins un inducteur de gélification, de rehausser la viscosité et le seuil d'écoulement de ladite phase aqueuse et ainsi d'acquies des propriétés de suspensivité à l'égard des gouttes de phase grasse. L'agent gélifiant hydrophile permet également de moduler la fluidité, la texture et la sensorialité de la dispersion.

[0096] La phase aqueuse peut comprendre au moins un agent gélifiant hydrophile choisi parmi :

- un agent gélifiant ionosensible, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins un sel ;
- un agent gélifiant sensible au pH, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins une base, de préférence un hydroxyde d'alcalin, et mieux l'hydroxyde de sodium ;
- un agent gélifiant thermosensible, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins un abaissement de la température ; et/ou
- un agent gélifiant sensible à la lumière, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins la lumière, notamment la lumière visible ou UV ; et
- leurs mélanges.

[0097] L'homme du métier saura ajuster la nature et la teneur en agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) pour satisfaire aux critères de viscosité et de seuil d'écoulement susmentionnés.

[0098] De préférence, la phase aqueuse comprend entre 0,01 % et 5%, de préférence entre 0,05 % et 2,5%, mieux entre 0,05 % et 1%, et tout particulièrement entre 0,08 % et 0,5%, en poids d'agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) par rapport au poids total de la phase aqueuse, voire par rapport au poids total de la dispersion.

Agent gélifiant ionosensible

[0099] Un agent gélifiant ionosensible est un agent gélifiant hydrophile apte à gélifier en présence d'au moins un sel. Pour des raisons évidentes, il convient d'adapter la nature, voire la teneur, en agent gélifiant ionosensible au regard du/des sel(s) utilisé(s) comme inducteur de gélification en étape d. Cette adaptation relève des compétences générales de l'homme du métier.

[0100] De préférence, l'agent gélifiant ionosensible est un polyélectrolyte réactif à au moins un sel, en particulier en présence d'au moins un ion monovalent ou divalent tel que par exemple K^+ , Na^+ , Ca^{++} ou Mg^{++} .

[0101] Un agent gélifiant ionosensible peut être choisi parmi les polymères naturels, les polymères de biosynthèse, les polymères modifiés, et leurs mélanges. De préférence, l'agent gélifiant ionosensible est choisi parmi les polymères naturels.

[0102] De préférence, un agent gélifiant ionosensible peut être choisi parmi l'alginate, la pectine, en particulier la Low Methoxyl pectine, le carraghénane, en particulier le iota-carraghénane, la gomme gellane, la furcellarane, ou un de leurs dérivés, et leurs mélanges.

[0103] De préférence, un agent gélifiant ionosensible peut être choisi parmi l'alginate, la gomme gellane et/ou le carraghénane, et tout particulièrement parmi la gomme gellane et/ou le iota-carraghénane.

[0104] Avantagusement, l'agent gélifiant ionosensible n'est pas choisi parmi l'algine ou l'alginate.

[0105] De préférence, l'agent gélifiant ionosensible n'est pas un agent gélifiant hydrophile thermosensible.

Agent gélifiant sensible au pH

[0106] Un agent gélifiant sensible au pH est un agent gélifiant hydrophile apte à gélifier en présence d'au moins une base, de préférence un hydroxyde d'alcalin, et mieux l'hydroxyde de sodium. Pour des raisons évidentes, il convient d'adapter la nature, voire la teneur, en agent gélifiant sensible au pH au regard de la base utilisée comme inducteur de gélification en étape d. Cette adaptation relève des compétences générales de l'homme du métier.

[0107] Également, avant l'étape d., il peut être nécessaire d'adapter le pH de la phase aqueuse de telle manière que cette dernière soit dotée du caractère liquide attendu. Cette adaptation relève des compétences générales de l'homme du métier. De préférence, avant l'étape d., lorsque la phase aqueuse comprend au moins agent gélifiant sensible au pH comme agent gélifiant hydrophile, le pH de la phase aqueuse correspondante en étape b. est inférieur à 4, et mieux inférieur à 3. Ainsi, la phase aqueuse de l'étape b. peut en outre comprendre au moins un acide.

[0108] Un agent gélifiant sensible au pH peut être choisi parmi un polymère de type anionique, et de préférence un carbo-mère. Ce polymère peut également être un copolymère réticulé acrylates/ C_{10-30} alkyl acrylate (nom INCI: acrylates/ C_{10-30} alkyl acrylate Crosspolymer).

[0109] Dans le cadre de l'invention, et sauf mention contraire, on entend par „carbomère“, un homopolymère éventuellement réticulé, issu de la polymérisation de l'acide acrylique, ou un copolymère ou dérivé d'acide acrylique. Il s'agit donc d'un poly(acide acrylique) éventuellement réticulé. Les carbomères ont d'autres dénominations, notamment „acides polyacryliques“, „polymères carboxyvinyliques“ ou „carboxy polyéthylènes“.

[0110] Selon un mode de réalisation, on entend par „carbomère“ ou „carbomer“ ou „Carbopol®“, un polymère d'acide acrylique de haut poids moléculaire réticulé avec du sucrose allylique ou des éthers allyliques de pentaérythritol (handbook of Pharmaceutical Excipients, 5^{ème} Edition, pIII). Par exemple, il s'agit du Tego®Carbomer 340FD de Evonik, ou du Carbopol®910, du Carbopol®934, Carbopol®934P, du Carbopol®940, du Carbopol®941, du Carbopol®71G, du Carbopol®980, Carbopol® 981, Carbopol®971P, Carbopol ETD 2050, Carbopol®974P, Carbopol Ultrez 10, tous commercialisés par de Lubrizol, et leurs mélanges.

Agent gélifiant thermosensible

[0111] Un agent gélifiant thermosensible est un agent gélifiant hydrophile apte à gélifier en présence d'au moins un abaissement de la température, de préférence à une température inférieure à 50°C, mieux inférieure à 40°C, en particulier inférieure ou égale à la température ambiante, voire inférieure ou égale à 10°C

[0112] Pour des raisons évidentes, il convient d'adapter la nature, voire la teneur en agent gélifiant thermosensible au regard des températures de chauffe et/ou de refroidissement souhaitée(s). Cette adaptation relève des compétences générales de l'homme du métier.

[0113] De préférence, l'agent gélifiant hydrophile thermosensible est choisi parmi les polymères naturels, les polymères de biosynthèse, les polymères modifiés, et leurs mélanges, de préférence parmi les polymères naturels.

[0114] De préférence, l'agent gélifiant hydrophile thermosensible est choisi parmi l'agar, le kappa carraghénane, le konjac, la gélatine, et leurs mélanges.

Agent gélifiant sensible à la lumière

[0115] Un agent gélifiant sensible à la lumière est un agent gélifiant hydrophile apte à gélifier en présence d'au moins une lumière, notamment la lumière visible ou UV.

[0116] Pour des raisons évidentes, il convient d'adapter la nature, voire la teneur, en agent gélifiant sensible à la lumière au regard de la source lumineuse utilisée. Cette adaptation relève des compétences générales de l'homme du métier.

[0117] Selon un mode de réalisation particulier, lorsque la phase aqueuse comprend au moins agent gélifiant sensible à la lumière comme agent gélifiant hydrophile, la phase aqueuse peut en outre comprendre au moins agent réticulant, et éventuellement en outre au moins un photoinitiateur et/ou au moins un catalyseur.

[0118] Un agent gélifiant sensible à la lumière selon l'invention peut être choisi parmi au moins un monomère ou au moins un polymère. Selon l'invention, le terme „monomère“ ou „polymère“ désigne toute unité de base adaptée pour la formation d'un matériau solide par polymérisation, soit seul soit en combinaison avec d'autres monomères ou polymères.

[0119] Un monomère peut être choisi parmi les monomères comprenant au moins une fonction réactive choisie dans le groupe constitué des fonctions acrylate, méthacrylate, vinyl éther, N-vinyl éther, mercaptoester, thiolène, siloxane, époxy, oxétane, uréthane, isocyanate et peroxyde. En particulier, les monomères peuvent être choisis parmi les monomères portant au moins une des fonctions réactives susmentionnées et portant en outre au moins une fonction choisie dans le groupe constitué des fonctions alkylamines primaires, secondaires et tertiaires, des fonctions amines quaternaires, des fonctions sulfate, sulfonate, phosphate, phosphonate, carboxylate, hydroxyle, halogène, et leurs mélanges.

[0120] Un polymère peut être choisi parmi les polyéthers, polyesters, polyuréthanes, polyurées, polyéthylène glycols, polypropylène glycols, polyamides, polyacétals, polyimides, polyoléfines, polysulfures et les polydiméthylsiloxanes, lesdits polymères portant en outre au moins une fonction réactive choisie dans le groupe constitué des fonctions acrylate, méthacrylate, vinyl éther, N-vinyl éther, mercaptoester, thiolène, siloxane, époxy, oxétane, uréthane, isocyanate et peroxyde, et leurs mélanges.

[0121] Avantageusement, on utilise un monomère ou polymère de grade cosmétique. Avantageusement, on utilise un monomère ou polymère biodégradable. Un monomère ou polymère biodégradable peut notamment être choisi parmi le CN2035 et/ou CN2203 (polyester acrylate oligomer) commercialisé par la société Sartomer.

[0122] Par „agent réticulant“, on entend un composé porteur d'au moins deux fonctions réactives susceptibles de réticuler un monomère ou un polymère, ou un mélange de monomères ou de polymères, lors de sa polymérisation. L'agent réticulant peut être choisi parmi des molécules portant au moins deux fonctions choisies dans le groupe constitué des fonctions acrylate, méthacrylate, vinyl éther, N-vinyl éther, mercaptoester, thiolène, siloxane, époxy, oxétane, uréthane, isocyanate et peroxyde, et leurs mélanges.

[0123] Par „photoinitiateur“, on entend un composé capable de se fragmenter sous l'effet d'un rayonnement lumineux. Les photoinitiateurs utilisables selon la présente invention sont connus dans la technique et sont décrits par exemple dans „Les photoinitiateurs dans la réticulation des revêtements“, G. Li Bassi, Double Liaison - Chimie des Peintures, n°361,

novembre 1985, p.34-41 ; „Applications industrielles de la polymérisation photoinduite“, Henri Strub, L'Actualité Chimique, février 2000, p.5-13 ; et „Photopolymères : considérations théoriques et réaction de prise“, Marc, J.M. Abadie, Double Liaison - Chimie des Peintures, n°435-436, 1992, p.28-34.

[0124] Le catalyseur peut être choisi parmi les catalyseurs organiques, métalliques, organométalliques ou inorganométalliques, et leurs mélanges. A titre de catalyseur, on peut notamment citer les complexes organométalliques ou inorganométalliques de platine, de palladium, de titane, de molybdène, de cuivre, de zinc, et leurs mélanges.

[0125] Comme agents gélifiants sensibles à la lumière, agents réticulants, photoinitiateurs et catalyseurs utilisables dans la présente invention, on peut tout particulièrement citer ceux décrits dans WO2018172433.

Inducteur(s) de gélification

[0126] Au vu de ce qui précède, un inducteur de gélification peut être un ingrédient et/ou un paramètre qui, après avoir été exposé à la phase aqueuse de la dispersion obtenue en étape c., permet d'„activer“ l'agent gélifiant hydrophile, et ainsi de rehausser la viscosité et le seuil d'écoulement de ladite phase aqueuse, et ainsi de former une dispersion stable, et donc suspensive.

[0127] Au vu de ce qui précède, un inducteur de gélification peut être choisi parmi:

- un sel lorsque l'agent gélifiant hydrophile est au moins un agent gélifiant ionosensible ;
- une base, de préférence un hydroxyde d'alcalin, et mieux l'hydroxyde de sodium, lorsque l'agent gélifiant hydrophile est au moins un agent gélifiant sensible au pH ;
- un abaissement de la température lorsque l'agent gélifiant hydrophile est un agent gélifiant thermosensible ;
- la lumière, notamment la lumière visible ou UV, lorsque l'agent gélifiant hydrophile est un agent gélifiant sensible à la lumière. De préférence, l'agent inducteur est au moins une lumière UV émettant dans la gamme de longueur d'onde comprise entre 100 nm et 400 nm, et ce en particulier pendant une durée inférieure ou égale à 15 minutes ; et
- leurs mélanges.

[0128] Lorsque l'inducteur de gélification est un ingrédient, ce dernier est avantageusement ajouté à la phase continue de la dispersion obtenue en étape c. sous forme d'une solution additionnelle miscible avec la phase aqueuse de l'étape b. Ce mode de réalisation n'est donc pas applicable dans le cas où l'inducteur de gélification est un paramètre tel qu'un abaissement de la température.

[0129] Par „miscible“ au sens de la présente invention, on entend désigner que la solubilité de la solution additionnelle dans la phase aqueuse de la dispersion de l'étape c. est supérieure avantageusement à 5 % en masse, et inversement.

[0130] Ainsi, l'étape d. consiste à injecter dans la phase aqueuse de la dispersion obtenue en étape c. au moins une solution additionnelle qui de préférence comprend au moins de l'eau et au moins un inducteur de gélification.

[0131] Selon un mode de réalisation, la solution additionnelle comprend entre 0,01 % et 30%, de préférence entre 0,1% et 20%, en particulier entre 1% et 15%, et notamment entre 2% et 10%, en poids d'inducteur(s) de gélification par rapport au poids total de la solution additionnelle.

[0132] Lorsque les gouttes d'une dispersion selon l'invention comprennent une enveloppe, l'homme du métier saura ajuster la teneur en agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) et/ou en inducteur(s) de gélification, notamment en agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) sensible(s) au pH, de telle manière que le(s)dit(s) agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) et/ou inducteur(s) de gélification n'altère(ent) pas ou peu l'intégrité de l'enveloppe. L'homme du métier saura même ajuster la teneur en agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) et/ou en inducteur(s) de gélification, notamment en agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) sensible(s), de manière à maîtriser une éventuelle diminution de la résistance mécanique de l'enveloppe, et ainsi réduire tout éventuel phénomène d'enveloppe résiduelle à l'application.

[0133] Comme indiqué précédemment, les étapes c. et d. peuvent être exécuter simultanément.

[0134] En effet, l'étape d. d'exposition de la phase aqueuse à au moins un inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile peut être réalisée dans la deuxième chambre et/ou après la sortie de la deuxième chambre.

[0135] De préférence, l'étape d. est réalisée après la sortie de la deuxième chambre.

[0136] Selon un mode de réalisation particulier, un procédé selon l'invention comprend au moins deux étapes d1. et d2., identiques ou différentes.

[0137] Un tel mode de réalisation est avantageux, notamment lorsqu'un procédé de fabrication selon l'invention requiert, entre la fabrication de la dispersion et son conditionnement dans le packaging final, un conditionnement intermédiaire dans une cuve de stockage. Une telle cuve de stockage peut par exemple être un sceau ou un conteneur IBC („Intermediate

bulk container“, également désigné par conteneur GRV („Grand Récipient pour Vrac“). C'est notamment le cas lorsque le procédé de fabrication selon l'invention est mis en œuvre à une échelle industrielle.

[0138] Ainsi, par exemple, :

- l'étape d1. permet d'accéder à une dispersion suffisamment suspensive pour assurer une stabilité satisfaisante de la dispersion dans la cuve de stockage tout en conservant un caractère suffisamment liquide pour garantir un conditionnement ultérieur de cette dispersion „pré-gélifiée“ dans le packaging définitif ; et
- l'étape d2. permet d'accéder à une dispersion dont la phase aqueuse a atteint sa viscosité définitive, cette étape d2. étant de préférence réalisée simultanément au conditionnement de la dispersion de l'étape d1. dans le packaging définitif, garantissant ainsi un conditionnement aisée de la dispersion et sans altération des gouttes dans le packaging définitif.

[0139] De préférence, l'étape d1. est réalisée dans la deuxième chambre, entre la deuxième chambre et la cuve de stockage et/ou simultanément au conditionnement de la dispersion de l'étape c. dans la cuve de stockage.

Sel(s)

[0140] Dans certains modes de réalisation, l'inducteur de gélification est au moins un sel.

[0141] Pour des raisons évidentes, le sel est choisi parmi un sel apte à réagir avec l'agent gélifiant hydrophile ionosensible. En d'autres termes, il convient d'adapter le choix en sel(s) au regard de l'agent(s) gélifiant(s) ionosensible(s).

[0142] Un sel selon l'invention peut être choisi parmi un sel monovalent, de préférence parmi les sels de sodium tel que le chlorure de sodium, les sels de potassium tel que le chlorure de potassium ; et/ou multivalent, en particulier divalent, de préférence parmi les sels de calcium tel que le carbonate de calcium, les sels de magnésium tel que le sulfate de magnésium, et leurs mélanges, et de préférence le sel est un sel monovalent, en particulier le chlorure de sodium.

Gouttes

[0143] La phase grasse dispersée d'une dispersion selon l'invention est sous forme de gouttes, tout ou partie des gouttes étant de préférence macroscopiques, c'est-à-dire visibles à l'œil nu.

[0144] Dans la suite de la présente description, les gouttes de phase grasse pourront indifféremment être désignées „goutte (G1)“.

[0145] Avantagusement, dans une dispersion de l'étape d., les gouttes possèdent un diamètre moyen compris entre 150 μm et 3 000 μm , de préférence entre 250 μm et 2 000 μm , en particulier entre 500 μm et 1 500 μm , et mieux entre 750 μm et 1 000 μm , de préférence avec un coefficient de variation inférieur ou égal à 10%, de préférence inférieur ou égal à 5%, et mieux inférieur ou égal à 3%.

[0146] Ainsi, dans une dispersion selon l'invention, les phases la constituant y forment un mélange macroscopiquement inhomogène.

[0147] Les gouttes sont avantagusement sensiblement sphériques.

[0148] Avantagusement, les gouttes présentent avantagusement une monodispersité apparente (i. e. qu'elles sont perçues à l'œil comme des sphères identiques en diamètre).

[0149] De préférence, les dispersions de l'invention sont constituées d'une population de gouttes monodispersées, notamment telles qu'elles possèdent un diamètre moyen D compris de 100 μm à 3 000 μm , en particulier de 500 μm à 3 000 μm et un coefficient de variation Cv inférieur à 10%, voire inférieur à 3%.

[0150] Selon un premier mode de réalisation, les gouttes d'une dispersion selon l'invention sont dénuées d'enveloppe (ou „écorce“ ou „membrane“), en particulier de membrane polymérique ou formée par polymérisation interfaciale. En particulier, les gouttes d'une dispersion selon l'invention ne sont pas stabilisées à l'aide d'une membrane de coacervat (type polymère anionique (carbomère)/polymère cationique (amodiméthicone)).

[0151] En d'autres termes, le contact entre la phase continue aqueuse et la phase grasse dispersée est direct.

[0152] Selon un autre mode de réalisation, les gouttes d'une dispersion selon l'invention peuvent comprendre un cœur formé au moins de la phase grasse et une enveloppe.

[0153] L'enveloppe peut indifféremment être désignée par les termes „membrane“ ou „écorce“.

[0154] L'enveloppe encapsulant totalement la phase grasse, qu'on peut alors indifféremment désigner par „cœur“, est avantagusement une enveloppe gélifiée et/ou une enveloppe dérivant d'une réaction de coacervation complexe.

[0155] De préférence, l'enveloppe est une phase aqueuse. De préférence, l'enveloppe est transparente. Avantagusement, l'enveloppe a une épaisseur homogène.

[0156] Par „épaisseur homogène“, au sens de la présente invention, on entend désigner des gouttes dont l'épaisseur de l'écorce varie selon un écart type inférieur ou égal à 10%, de préférence inférieur ou égal à 5%.

[0157] Les éventuelles modifications et/ou adaptations du procédé de fabrication selon l'invention qui pourraient s'avérer nécessaire dans le cas où les gouttes comprennent une enveloppe relèvent des compétences générales de l'homme du métier.

[0158] A titre illustratif, lorsque l'enveloppe dérive d'une réaction de coacervation complexe, la phase grasse de l'étape a. peut en outre comprendre un premier polymère précurseur du coacervat, par exemple un polymère cationique lipophile, tel que par exemple l'amodiméthicone, et la phase aqueuse de l'étape b. peut en outre comprendre un deuxième polymère précurseur du coacervat, par exemple un polymère anionique hydrophile, tel que par exemple un carbomère. Un tel mode de réalisation est notamment décrit plus en détails dans WO2012120043 ou les demandes de brevets déposées sous les n° FR2205167 et FR2205168.

[0159] A titre illustratif, lorsque l'enveloppe est une enveloppe gélifiée, on peut se référer à WO2022106361 qui décrit notamment la présence d'un agent induisant la gélification et d'un agent de formation de l'enveloppe configurés de sorte qu'ils sont capables de subir une réaction chimique l'un avec l'autre pour former une enveloppe de matrice insoluble dans l'eau, ceux-ci pouvant par exemple être configurés pour subir une réaction de complexation, une réaction d'échange d'ions ou une réaction de polymérisation limitée en interphase.

[0160] De préférence, l'enveloppe des gouttes peut dériver de la réaction d'au moins un agent de formation de matrice (ou „agent matriciel“) soluble dans l'eau avec au moins un agent induisant la gélification, tel que décrit dans WO2022106361.

[0161] Dans certains modes de réalisation, l'étape c. et l'étape d. sont effectuées à des températures supérieures à la température ambiante, en particulier entre 25 °C et 95 °C, en particulier entre 40 °C et 85 °C, en particulier entre 50 °C et 80 °C, en particulier entre 65 °C et 80 °C, en particulier entre 70°C et 80°C.

[0162] Dans d'autres modes de réalisation, une pression de 1,01 bar à 1,1 5 bar, de préférence de 1,03 bar à 1,07 bar est appliquée à la première chambre, notamment lors de l'étape c., et/ou une pression de 1,02 bar à 1,2 bar, de préférence de 1,05 bar à 1,1 bar est appliquée à la deuxième chambre notamment lors de l'étape c. Il est entendu que ces valeurs de pression sont relatives à des pressions absolues, c'est-à-dire qu'une pression de 1,01 bar est une pression qui constitue une surpression de 0,01 bar par rapport à la pression atmosphérique.

[0163] Dans certains modes de réalisation, la pression appliquée à la première chambre est inférieure à la pression appliquée à la deuxième chambre. Il est entendu que la première pression peut être ajustée par la pression avec laquelle la phase grasse de l'étape a. est fournie via la première entrée de fluide de la première chambre à la première chambre et/ou la deuxième pression peut être ajustée par la pression avec laquelle la deuxième solution aqueuse de l'étape b. est fourni via la deuxième entrée de fluide de la deuxième chambre à la deuxième chambre.

[0164] Dans certains modes de réalisation, l'étape d. comprend une agitation, de préférence l'agitation s'effectue avec un agitateur sous agitation de 10 tr/min à 800 tr/min, de préférence de 25 tr/min à 500 tr/min, en particulier de 50 tr/min à 350 tr/min, et mieux à 100 tr/min à 150 tr/min. Une agitation lors de l'étape d. est avantageuse, car elle garantit une distribution de taille uniforme des gouttes et prévient les risques d'agglomérations. Typiquement, un agitateur suspendu ou un dispositif d'agitation tel que décrit dans WO2023/099530 peut être employé.

[0165] Au vu de ce qui précède, un agitateur peut être présent dans la deuxième chambre et/ou après la sortie de la deuxième chambre.

[0166] Dans certains modes de réalisation, l'étape d. est effectuée pendant 5 min à 25 min, de préférence pendant 8 min à 12 min ou pendant 1 5 min à 20 min. Le temps de réaction de l'étape d., peut influencer directement la taille des gouttes.

[0167] Selon un mode de réalisation, après l'étape d., les gouttes de la dispersion selon l'invention peuvent être isolées, durcies et/ou conservées.

[0168] L'isolement des gouttes peut par exemple comprendre une filtration ou un tamisage afin de séparer les gouttes de la phase aqueuse gélifiée, et éventuellement un lavage des gouttes avec de l'eau comprenant éventuellement au moins un tensioactif, tel que le laurylsulfate de sodium (SDS), un dérivé du Tween, comme le Tween 20 ou 80, ou le PVA.

[0169] Le durcissement peut par exemple comprendre le séchage des gouttes, par exemple par un courant d'air ou par lyophilisation, afin d'évaporer la totalité ou au moins la majorité de l'eau non liée. Le durcissement peut également comprendre une agitation supplémentaire des gouttes dans une solution aqueuse comprenant au moins un sel inorganique, telle que CaCl_2 ou MgCl_2 , de préférence une solution aqueuse de 1% à 10%, de préférence de 1% à 5%, en poids de sel(s) inorganique(s). Cela augmente encore la stabilité et l'intégrité structurelle des gouttes, en particulier de l'enveloppe lorsque présente.

[0170] La conservation peut être réalisée en immergeant les gouttes dans de l'eau distillée ou dans une solution aqueuse de sel inorganique, tel que CaCl_2 ou MgCl_2 , de préférence une solution aqueuse à 1 à 10 %, plus préférablement 1 à 5 % en poids du sel inorganique. Une telle conservation s'est avérée augmenter la stabilité des gouttes.

[0171] Selon un autre mode de réalisation, un procédé selon l'invention permet de fabriquer directement et en continu une dispersion stable directement utilisable, par exemple à titre de composition cosmétique. En d'autres termes, un procédé

de fabrication selon ce mode de réalisation ne comprend avantageusement pas d'étape(s) ultérieure(s) visant à isoler, durcir et/ou conserver les gouttes.

[0172] Dans certains modes de réalisation, en particulier après l'étape d. et lorsque les gouttes comprennent une enveloppe, notamment à base d'agent gélifiant ionosensible, et en particulier d'alginate, les gouttes peuvent être exposées à une solution comprenant au moins un agent chélatant. L'agent chélatant est configuré de telle sorte qu'il peut former un complexe chélateur avec l'agent gélifiant ionosensible de l'enveloppe. Par exemple, si l'agent induisant la chélation est un sel de calcium, tel que CaCl_2 , l'agent chélatant peut former un complexe de chélation avec Ca^{2+} . Les agents chélatants appropriés sont les bases de Lewis, telles que l'EDTA, le GLDA (N,N-Bis(carboxyméthyl)-L-glutamate tétrasodique), le MGDA (dicarboxyméthyl alaninate trisodique), les sels d'acide citrate, les sels d'acide tartrique et similaires. Le solvant est généralement choisi de telle sorte que l'agent chélatant y soit soluble et que les gouttes formées, respectivement la matrice insoluble dans l'eau, ne soient pas dissoutes. Ainsi, un solvant approprié peut être l'eau. En exposant les gouttes à une telle solution pendant une durée prédéterminée, l'enveloppe est fragilisée, sa résistance mécanique est diminuée, et les éventuels phénomènes d'enveloppe résiduelle à l'application sont donc réduits.

[0173] Dans certains modes de réalisation, l'étape c. est réalisée avec un dispositif comprenant une première entrée d'alimentation en phase grasse de l'étape a. le cas échéant sous forme d'une émulsion inverse, qui débouche dans la première chambre, une deuxième entrée d'alimentation en phase aqueuse de l'étape b., débouchant dans la deuxième chambre et une sortie au niveau de la deuxième chambre pour recueillir la dispersion. Selon le mode de réalisation considéré pour la réalisation de l'étape d., la dispersion recueillie en sortie de deuxième chambre peut être une dispersion transitoire ou une dispersion finale.

[0174] En outre, le dispositif comprend une membrane, notamment une membrane telle que décrite ci-dessus, qui sépare la première chambre et la deuxième chambre et qui comprend un premier côté tourné vers la première chambre et un deuxième côté tourné vers la deuxième chambre. La membrane comprend de multiples canaux s'étendant du premier côté au deuxième côté, c'est-à-dire assurant une connexion fluide de la première chambre et de la deuxième chambre. Chaque canal comprend une entrée de canal agencée sur le premier côté et une sortie de canal agencée sur le second côté. La première chambre peut typiquement être configurée de sorte qu'un débit de la phase grasse de l'étape a. à travers tous les canaux individuels soit essentiellement égal. Dans l'état de la technique, une répartition inhomogène des pressions, notamment de l'émulsion formant cœur, ne permet qu'à un faible pourcentage de canaux de produire activement des gouttes. Une répartition égale de la pression sur le premier côté permet un écoulement régulier de la phase grasse de l'étape a. dans la phase aqueuse de l'étape b. et la génération de gouttes avec une qualité reproductible avec un débit élevé allant jusqu'à 5 litres par heure. La première chambre peut typiquement être configurée de sorte qu'un débit de phase grasse de l'étape a. à travers tous les canaux individuels soit essentiellement égal.

[0175] Dans certains modes de réalisation, la deuxième chambre peut être en verre ou en un polymère transparent, tel que le PTFE, le poly(méth)acrylate de méthyle ou le polyoxyméthylène, ou en métaux tels que l'acier, l'aluminium ou le titane. De manière générale, le dispositif peut comprendre un récipient, tel qu'un récipient en verre, qui forme partiellement la deuxième chambre. Avec la membrane, le récipient peut former la deuxième chambre. Dans certains modes de réalisation, la première chambre peut être réalisée en métal, par exemple en aluminium ou en acier ou en un polymère transparent, tel que le PTFE, le poly(méth)acrylate de méthyle ou le polyoxyméthylène.

[0176] La sortie de la deuxième chambre peut par exemple être en communication fluide avec un récipient intermédiaire tel que décrit précédemment ou avec un packaging définitif.

[0177] Dans certains modes de réalisation, la dispersion est récupérée de la deuxième chambre via la sortie de la deuxième chambre en continue, permettant ainsi d'augmenter le rendement de production.

[0178] Dans certains modes de réalisation, l'étape d. est réalisée sous flux continu de la dispersion formée en étape c. Ainsi, selon un mode de réalisation préféré, les étapes c. et d. sont réalisées en continu, permettant ainsi d'augmenter le rendement de production.

[0179] L'étape d. est réalisée dans la deuxième chambre et/ou après la sortie de la deuxième chambre.

[0180] De préférence, les gouttes de phase grasse, après l'étape c. mais avant l'étape d., se trouve dans un état gélifié, de manière notamment à optimiser leur résistance mécanique et donc à éviter d'altérer leur intégrité. Ainsi, entre les étapes c. et d., les gouttes de phase grasse subissent avantageusement une étape adaptée pour faire passer ces gouttes d'une forme liquide à une forme gélifiée. Cette étape intermédiaire de gélification des gouttes de phase grasse peut être réalisée par toute technique connue de l'homme du métier et si nécessaire adaptée au regard du type d'agent gélifiant, en particulier hydrophile, mis en œuvre. En particulier, le dispositif peut comprendre un refroidisseur positionné au niveau de la deuxième chambre et/ou après la sortie de la deuxième chambre de manière à accélérer la cinétique de refroidissement des gouttes de phase grasse et ainsi à optimiser leur résistance mécanique.

[0181] De préférence, l'étape d. est réalisée en amont du récipient dans lequel la dispersion est conditionnée. Ce récipient peut être par exemple une cuve de stockage ou un packaging définitif tel que susmentionné.

[0182] De préférence, la deuxième chambre et le récipient sont reliés fluidiquement.

[0183] Lorsque l'étape d. est réalisée dans la deuxième chambre et que l'inducteur de gélification est un ingrédient, alors la deuxième chambre comprend en outre une troisième entrée permettant l'injection de l'inducteur de gélification, ou de la solution additionnelle comprenant ledit ingrédient, dans la deuxième chambre.

[0184] De préférence, lorsque l'étape d. est réalisée après la sortie de la deuxième chambre et que l'inducteur de gélification est un ingrédient, l'injection de l'inducteur de gélification, ou de la solution additionnelle comprenant ledit ingrédient, est de préférence réalisée à proximité immédiate de la sortie de la deuxième chambre de manière à prévenir les phénomènes d'agglutination et/ou de déphasage de la dispersion transitoire.

[0185] Lorsque l'étape d. est réalisée dans la deuxième chambre et que l'inducteur de gélification est un paramètre, en particulier un abaissement de la température et/ou un apport de lumière, alors la deuxième chambre comprend en outre un refroidisseur et/ou une lampe et/ou la deuxième chambre est transparente pour permettre à une source lumineuse extérieure d'atteindre la dispersion présente en deuxième chambre.

[0186] De préférence, lorsque l'étape d. est réalisée après la sortie de la deuxième chambre et que l'inducteur de gélification est un paramètre, en particulier un abaissement de la température et/ou un apport de lumière, la soumission de la dispersion à ce paramètre est réalisée de préférence à proximité immédiate de la sortie de la deuxième chambre de manière à prévenir les phénomènes d'agglutination et/ou de déphasage de la dispersion transitoire.

[0187] Selon un mode de réalisation particulier, lorsque l'étape d. est réalisée après la sortie de la deuxième chambre, l'étape d. peut être réalisée dans un récipient intermédiaire, de préférence relié fluidiquement à la deuxième chambre et au récipient susmentionné, ou directement dans le récipient susmentionné.

[0188] Les figures 1 et 7 représentent un mode de réalisation où l'étape d. est réalisée après la sortie de la deuxième chambre.

[0189] Dans certains modes de réalisation, la première chambre est configurée de sorte que dans un état fonctionnel, la pression le long du premier côté de la membrane est essentiellement isobare. Par exemple, la première entrée peut comprendre une buse pour fournir une distribution de pression isobare sur le premier côté de la membrane. En particulier, une buse de pulvérisation peut être utilisée. En variante, la première chambre peut avoir une forme telle qu'une distribution de pression isobare sur le premier côté de la membrane soit fournie.

[0190] Dans d'autres modes de réalisation, la première chambre a une section transversale arrondie par rapport à un plan de section transversale, qui est perpendiculaire à la membrane et symétrique en rotation par rapport à un axe longitudinal central. Le terme „section transversale arrondie“ tel qu'il est utilisé ici se réfère à une courbe continue sans incréments, en particulier à une courbe qui a dans le plan de section transversale perpendiculaire à la membrane, un rayon d'au moins 1 mm, en particulier d'au moins 5 mm, notamment d'au moins 10 mm. Il est entendu que la courbure dans la vue en coupe peut être décrite comme une partie d'un cercle avec ledit rayon. Ainsi, les parois latérales de la première chambre peuvent continûment converger l'une vers l'autre vers l'amont. L'axe longitudinal central est un axe s'étendant dans la direction longitudinale du dispositif, qui est disposé au centre du dispositif et/ou à un axe étant perpendiculaire à la membrane et coupant le centre de la membrane. La première chambre peut avoir une section transversale en forme de U ou peut être arrondie de manière concave ou semi-circulaire. La section transversale arrondie est typiquement sans bord et exclut ainsi les bords, ce qui conduirait à une distribution de pression inégale lorsque la phase grasse de l'étape a. est forcée à travers la membrane. De préférence, la première chambre peut avoir la forme d'un dôme sphérique. La forme de la première chambre peut en général de préférence être essentiellement symétrique en rotation par rapport à l'axe longitudinal central.

[0191] Dans certains modes de réalisation, la sortie de la deuxième chambre peut être essentiellement disposée sur l'axe longitudinal central et/ou l'axe étant perpendiculaire à la membrane et coupant le centre de la membrane. De préférence, la deuxième chambre est conique vers la sortie de la deuxième chambre. Par exemple, au moins des parties de la deuxième chambre peuvent être en forme d'arc ou de cône vers la sortie de la deuxième chambre. Ces modes de réalisation garantissent qu'aucune goutte n'est piégée et toutes sont directement récupérables via la sortie de la deuxième chambre. Dans certains modes de réalisation, la première chambre a la forme d'un hémisphère ou d'un tronc de cône. Typiquement, l'hémisphère ou le cône tronqué s'ouvre vers la membrane, c'est-à-dire que le plus grand rayon est typiquement le plus proche de la membrane. Le terme „hémisphérique“ tel qu'utilisé ici comprend également d'autres segments sphériques, tels qu'un tiers de sphère. Ainsi, dans certains modes de réalisation, la forme de la première chambre est un dôme sphérique ou une calotte sphérique. De préférence, si la première chambre a une forme de dôme sphérique, et/ou notamment une forme hémisphérique, la première entrée peut être agencée au voisinage ou au niveau d'un pôle du dôme sphérique de la première chambre, notamment du dôme hémisphérique. De telles formes présentent l'avantage que le flux de matière de la phase grasse de l'étape a. est également réparti sur le premier côté de la membrane, aidant ainsi à fournir une distribution de pression égale adjacente au canal individuel. La première entrée peut par exemple être disposée essentiellement perpendiculaire à l'axe longitudinal central, c'est-à-dire essentiellement parallèle au premier côté de la membrane, ou également parallèle à l'axe longitudinal central.

[0192] Dans certains modes de réalisation, la première entrée est disposée selon un angle essentiellement de 90° ou moins par rapport aux canaux de la membrane. Typiquement, tous les canaux sont agencés essentiellement parallèlement les uns aux autres. Cela a pour effet bénéfique que la phase grasse de l'étape a. n'est pas directement forcée sur la membrane, permettant ainsi en outre de fournir une distribution de pression uniforme sur chaque canal de la membrane.

Par exemple, l'angle entre la première entrée et les canaux de la membrane peut être compris entre 60° et 90°, notamment 75° et 90°. De préférence, la première entrée est essentiellement disposée transversalement, de préférence perpendiculairement, aux multiples canaux de la membrane. Ainsi, dans de tels modes de réalisation, la première entrée peut être parallèle au premier côté de la membrane.

[0193] Dans d'autres modes de réalisation, le dispositif comprend un support de membrane pour monter la membrane. Dans certains modes de réalisation, le dispositif comprend un support de récipient pour maintenir le récipient, qui forme partiellement la deuxième chambre. Le porte-récipient peut être relié de manière fixe et amovible au porte-membrane. Le porte-récipient et/ou le porte-membrane et/ou la base peuvent être en tout matériau approprié tel qu'un matériau plastique, tel que le PTFE, le poly(méth)acrylate de méthyle ou le polyoxyméthylène ou un métal, de préférence l'acier.

[0194] De préférence, si le récipient est un récipient en verre, un tampon amortisseur peut être agencé entre le récipient en verre et le porte-récipient pour éviter d'endommager et de sceller le récipient en verre.

[0195] Dans certains modes de réalisation, le porte-membrane comprend des moyens de serrage pour monter la membrane, le porte-membrane et/ou les moyens de serrage étant configurés pour recevoir des membranes ayant différentes épaisseurs. Typiquement, les moyens de serrage peuvent être réglables. Des exemples de moyens de serrage comprennent des vis, des pinces, des boulons, des serrures, etc.

[0196] Dans certains modes de réalisation, le dispositif comprend une embase, et de préférence la première chambre est partiellement formée par l'embase.

[0197] Dans d'autres modes de réalisation, la base et/ou le porte-membrane comprend au moins un joint pour sceller la membrane contre la base et/ou contre le porte-membrane. La bague d'étanchéité peut être configurée de sorte qu'elle entoure complètement circonférentiellement la périphérie de la membrane. La bague d'étanchéité peut également comprendre une sortie de gaz en communication fluïdique avec la première chambre et étant configurée pour évacuer tout gaz présent dans la première chambre hors de la première chambre.

[0198] Dans certains modes de réalisation, l'embase et/ou le porte-membrane comprend une bague entretoise. Un tel anneau d'espacement permet d'employer des membranes d'épaisseurs différentes. Dans certains modes de réalisation, la première chambre comprend une sortie de gaz, notamment un interrupteur fluïdique tel que par exemple une vanne. La sortie de gaz et la membrane sont agencées de sorte que le gaz à l'intérieur de la première chambre est, lors de l'alimentation de la phase grasse dans la première chambre, en particulier lors du premier remplissage initial de la première chambre avec la phase grasse, dirigé vers la sortie de gaz et retiré de la première chambre via la sortie de gaz. Dans certains exemples, la membrane est inclinée par rapport à l'axe central longitudinal du dispositif. Ainsi, l'angle dans une vue en coupe le long de l'axe longitudinal central entre l'axe longitudinal central et le premier et/ou le deuxième côté de la membrane est différent de 90°. Par exemple, l'angle aigu entre le second côté de la membrane et l'axe longitudinal central peut être compris entre 45° et 89°, de préférence entre 70° et 88°, plus préférentiellement entre 78° et 87°. Dans de tels modes de réalisation, la sortie de gaz peut être agencée au bord supérieur de la première chambre, qui est formée par la membrane et une autre paroi de chambre. Cela garantit que tout gaz résiduel, en particulier l'air, présent dans la première chambre, par exemple avant l'utilisation de l'appareil, monte vers la membrane et, en raison de la disposition inclinée de la membrane, est dirigé vers le bord supérieur et donc vers la sortie de gaz. Normalement, les canaux de la membrane sont trop étroits pour que l'air puisse les traverser et, par conséquent, une sortie de gaz telle que décrite dans les modes de réalisation ci-dessus permet d'éliminer tout le gaz restant, ce qui autrement influencerait négativement la taille et la distribution uniformes des gouttes ou empêcherait le premier fluide d'atteindre tous les micro-canaux, diminuant ainsi le débit. Typiquement, la sortie de gaz peut être en communication fluïdique avec l'environnement du dispositif.

[0199] Dans certains modes de réalisation, et comme déjà décrit précédemment, le dispositif comprend au moins un réchauffeur pour chauffer la phase grasse de l'étape a. et/ou la phase aqueuse de l'étape b. et/ou au moins un refroidisseur pour refroidir la dispersion transitoire de l'étape c. Il peut notamment être avantageux de chauffer ou de refroidir l'une ou l'autre des phases, car le durcissement des gouttes générées peut être facilement effectué par des changements de température. Typiquement, le au moins un élément chauffant peut fournir suffisamment d'énergie thermique pour chauffer la phase grasse de l'étape a. et/ou la phase aqueuse de l'étape b. jusqu'à 100°C, jusqu'à 125°C ou jusqu'à 150°C. Le réchauffeur peut par exemple comprendre un bain chauffant, tel qu'un bain d'eau ou un bain d'huile. En variante, le réchauffeur peut être un radiateur IR, un serpentin de chauffage ou tout autre réchauffeur approprié.

[0200] Selon un mode de réalisation, le dispositif comprend un refroidisseur positionné au niveau de la deuxième chambre et/ou après la sortie de la deuxième chambre de manière à accélérer la cinétique de refroidissement des gouttes et ainsi optimiser leur résistance mécanique, et optionnellement à déclencher l'étape d.

[0201] Dans d'autres modes de réalisation, le dispositif comprend un premier réservoir pour la phase grasse de l'étape a. et/ou un deuxième réservoir pour la et/ou phase aqueuse de l'étape b. Le premier et le second réservoirs peuvent tous deux être sous pression. Par exemple, les réservoirs peuvent être reliés fluïdiquement à une source de pression, telle qu'un compresseur. Alternativement, les réservoirs peuvent être des seringues et pressurisés par un pousse-seringue courant et/ou un piston ou une pompe péristaltique, à engrenage ou tout autre système de pompage.

[0202] Dans certains modes de réalisation, un limiteur de débit est agencé entre le deuxième réservoir pour la phase aqueuse de l'étape b. et la deuxième chambre. Un tel étrangleur est avantageux, car la deuxième chambre ne fournit

généralement pas une résistance à l'écoulement significative pour la phase aqueuse de l'étape b. Ainsi, en utilisant un limiteur de débit, le dispositif est plus stable, car des différences de pression involontaires, par exemple par une pression d'air fluctuante, peuvent être évitées.

[0203] Dans d'autres modes de réalisation, la seconde entrée comprend un canal d'alimentation disposé au moins partiellement circonférentiellement autour de l'axe longitudinal central, respectivement l'axe étant perpendiculaire aux premier et second côtés de la membrane et coupant le centre de la membrane. Le canal d'alimentation comprend une ou plusieurs ouvertures dans la deuxième chambre „au moins partiellement disposé circonférentiellement autour de l'axe“ mentionné ci-dessus signifie que le canal d'alimentation peut avoir le contour d'un cercle partiel, tel qu'un demi-cercle ou un tiers de cercle, etc. De préférence, le canal d'alimentation est disposé entièrement circonférentiellement autour l'axe central longitudinal, respectivement l'axe étant perpendiculaire à la membrane et coupant le centre de la membrane. Dans de tels modes de réalisation, le canal d'alimentation forme une structure annulaire. De préférence, le canal d'alimentation comprend de multiples ouvertures dans la deuxième chambre, qui sont notamment essentiellement uniformément réparties le long de la circonférence du canal d'alimentation. Typiquement, la ou les ouvertures du canal d'alimentation peuvent être disposées en direction de la sortie de la deuxième chambre, c'est-à-dire de manière à ce que les ouvertures soient tournées vers la sortie de la deuxième chambre. Les modes de réalisation comprenant un canal d'alimentation présentent l'avantage que la phase aqueuse de l'étape b. peut être introduite uniformément et en douceur dans la deuxième chambre sans provoquer de turbulences nuisibles qui influencent négativement la forme uniforme et la distribution de taille des gouttes générées. Dans certains modes de réalisation, la ou les ouvertures du canal d'alimentation sont agencées de sorte qu'un vortex est généré lorsque la phase aqueuse de l'étape b. est introduite dans la deuxième chambre. Notamment, la ou les ouvertures peuvent être tubulaires et l'axe longitudinal de chaque ouverture tubulaire peut être incliné par rapport à l'axe longitudinal central du dispositif. Typiquement, toutes les ouvertures tubulaires sont uniformément inclinées. La génération d'un vortex est bénéfique car le transport de la dispersion générée vers la sortie de la deuxième chambre est accélérée, ce qui est particulièrement avantageux si la densité des gouttes et de la phase aqueuse de l'étape b. est sensiblement égale.

[0204] Typiquement, le canal d'alimentation est disposé au fond de la deuxième chambre, c'est-à-dire adjacent à la membrane. Le canal d'alimentation peut par exemple également être agencé circonférentiellement autour de la membrane. Le canal d'alimentation peut avoir un diamètre de 2 mm à 100 mm, de préférence de 5 mm à 20 mm.

[0205] Alternativement, la deuxième entrée peut constituer une entrée unique débouchant directement dans la deuxième chambre, de préférence depuis un côté latéral de la deuxième chambre.

[0206] Dans un deuxième aspect, le problème technique objectif général global est atteint par un assemblage de gouttes produites selon le procédé de l'un quelconque des modes de réalisation tels que décrits ici. Avantageusement, les gouttes ont une répartition granulométrique égale avec un coefficient de variation inférieur ou égal à 10 %, notamment inférieur ou égal à 8 %, notamment inférieur ou égal à 6 %, notamment inférieur ou égal à 5 %, notamment inférieur ou égal à 4 %. La détermination du coefficient de variation relève des compétences générales de l'homme du métier.

[0207] Dans certains modes de réalisation, les gouttes ont de préférence une granulométrie inférieure à 4 mm, de préférence comprise entre 100 µm et 3 mm, plus préférentiellement entre 200 µm et 2 mm, en particulier entre 300 µm et 1 mm, et mieux entre 500 µm et 800 µm.

Brève description des figures

[0208] L'invention décrite ici sera mieux comprise à partir de la description détaillée donnée ci-dessous et des dessins annexés qui ne doivent pas être considérés comme limitant l'invention décrite dans les revendications annexées.

[0209] Les dessins montrent :

- [Fig1] La Figure 1 est une représentation schématique du procédé selon l'invention ;
- [Fig2] La Figure 2 est une vue schématique d'un dispositif pour générer une dispersion d'une phase grasse dans une phase aqueuse selon un premier mode de réalisation de l'invention ;
- [Fig3] La Figure 3 est une vue en coupe du dispositif représenté sur la figure 2 ;
- [Fig4] La Figure 4 est une vue éclatée partiellement découpée du dispositif représenté sur la figure 2 ;
- [Fig5] La Figure 5 est une vue schématique d'un dispositif 1 selon un autre mode de réalisation de l'invention ;
- [Fig6] La Figure 6 est une vue agrandie schématique d'un deuxième côté d'une membrane selon un mode de réalisation de l'invention ;
- [Fig7] La Figure 7 est une vue schématique du dispositif selon la figure 2 comprenant en outre une colonne d'agitation après la sortie de la deuxième chambre et adaptée pour assurer la réalisation de l'étape d.

Description des modes de réalisation

[0210] La figure 1 illustre schématiquement le procédé selon un mode de réalisation de l'invention. La phase grasse de l'étape a. est fournie dans la première chambre 4 à partir du premier réservoir 24 contenant la phase grasse de l'étape a. et étant en connexion fluidique avec la première chambre 4. La phase aqueuse de l'étape b. est fournie dans la deuxième chambre 5 à partir du deuxième réservoir 25 contenant la phase aqueuse de l'étape b. et étant en connexion fluidique avec la deuxième chambre 5. Comme on peut le voir, la première chambre 4 et la deuxième chambre 5 sont reliées fluidiquement par plusieurs canaux 10. Dans le mode de réalisation représenté, la première chambre et la deuxième chambre sont séparées par une membrane 7 dont le premier côté 8 est tourné vers la première chambre et dont le deuxième côté 9 fait face à la deuxième chambre. Les canaux 10 s'étendent du premier côté 8 vers le deuxième côté 9. En général, une pression appropriée est appliquée sur la phase grasse de l'étape a. dans la première chambre 4. La phase grasse dans la première chambre 4 est ensuite guidée à travers les canaux 10. Une étape d'émulsification a lieu lorsque la phase grasse atteint la sortie du canal débouchant dans la deuxième chambre 5, formant ainsi une dispersion transitoire huile-dans-eau (ou „émulsion directe“) non suspensive comprenant des gouttes monodispersées de phase grasse de l'étape a. dans la phase aqueuse de l'étape b. Il convient de noter que les tailles des gouttes sont exagérées pour des raisons de clarté. La sortie de la deuxième chambre 6 est directement reliée à une conduite (ou ligne) de traitement 37 qui est configurée de telle sorte que la dispersion qui sort de la deuxième chambre soit acheminée jusqu'à un récipient 29, la conduite de traitement 37 étant en communication fluidique avec un troisième réservoir 38 adapté pour assurer l'injection dans la conduite de traitement 37 d'au moins un inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile, et de préférence d'au moins une solution additionnelle comprenant l'inducteur(s) de gélification de l'agent gélifiant hydrophile, ce par quoi on obtient la dispersion suspensive finale. Alternativement, une source d'énergie 30 (non représentée en figure 1) peut être prévue à la place du réservoir 38. Par exemple, la source d'énergie 30 peut être une source de lumière UV qui agit alors comme inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile présent dans la phase aqueuse de la dispersion de l'étape c., ce par quoi on obtient une dispersion suspensive finale. Il est entendu que dans de tels modes de réalisation, la ligne de traitement 37 est généralement configurée pour être perméable à l'énergie correspondante utilisée, c'est-à-dire à la lumière UV. Alternativement, la source d'énergie 39 peut être un appareil de refroidisseur, fournissant de l'énergie thermique afin d'activer l'agent gélifiant hydrophile présent dans la phase aqueuse de la dispersion de l'étape c., et ainsi d'obtenir une dispersion suspensive finale. Dans la conduite de traitement 37, la viscosité et le seuil d'écoulement de la phase aqueuse de l'étape c., au contact de l'inducteur de gélification (ou solution additionnelle), va évoluer, formant ainsi et de manière continue une phase aqueuse suspensive à l'égard des gouttes. La dispersion finale suspensive emprunte ensuite le reste de la conduite de traitement 37 pour être collecté dans le récipient 29, le cas échéant équipé d'un agitateur (non représenté). A noter que la réaction d'activation de l'agent gélifiant hydrophile sous l'effet de l'inducteur de gélification est initiée lors de l'injection de ce dernier, le cas échéant sous forme d'une solution additionnelle, dans la phase aqueuse de la dispersion de l'étape c., dont la cinétique peut durer plusieurs minutes, voire plusieurs heures, et donc continuer après collecte de la dispersion suspensive finale dans le récipient 29. A noter également que le sens d'écoulement des phases en figure 1, réalisé du haut vers le bas, peut également être réalisé dans un sens inverse, et donc du bas vers le haut.

[0211] La figure 2 représente le dispositif 1 utilisable dans un procédé selon l'invention. Le dispositif 1 comprend un récipient 19 en verre et le socle 14 (ou „embase“ ou „base“) en métal. L'embase 14 comporte une première entrée 2 (non représentée, voir figure 3) d'alimentation en phase grasse de l'étape a., débouchant dans une première chambre. La première chambre peut être partiellement formée par la base 14 et la membrane 7 (voir figure 3). Le récipient 19 comprend une deuxième entrée 3 d'alimentation de la phase aqueuse de l'étape b., débouchant dans une deuxième chambre et une sortie de deuxième chambre 6 pour recueillir la dispersion générée à l'intérieur de la deuxième chambre. La deuxième chambre est formée par le récipient 19 et la membrane 7 (voir figure 3).

[0212] La figure 3 montre une vue en coupe du dispositif 1 de la figure 2. Le dispositif 1 comprend une base 14 avec une première entrée 2 pour alimenter la phase grasse de l'étape a. L'entrée 2 débouche dans la première chambre 4, qui est partiellement formée par la base 14. Le dispositif 1 contient en outre un récipient 19 avec une deuxième entrée 3 pour fournir la phase aqueuse de l'étape b. et une sortie de deuxième chambre 6 pour recueillir les gouttes dans la phase aqueuse de l'étape b. La deuxième entrée 3 débouche dans la deuxième chambre 5, qui est partiellement formée par le récipient 19. La première chambre et la deuxième chambre sont séparées par la membrane 7. Comme on peut le voir sur la figure 2, la première chambre a une section transversale arrondie par rapport au plan de coupe correspondant le long de l'axe longitudinal central 15 et étant perpendiculaire à la membrane 7. Dans le mode de réalisation particulier représenté, la première chambre 4 a une section semi-circulaire et peut ainsi avoir la forme d'un hémisphère. La première entrée 2 est disposée au niveau du pôle 13 de l'hémisphère. La deuxième chambre 5 est conique vers la sortie 6, qui est disposée sur l'axe longitudinal 15 s'étendant le long de la direction longitudinale du dispositif, coupant le centre de la première et de la deuxième chambre, étant perpendiculaire à la membrane 7 et coupant le centre de la membrane. Comme on le voit, l'axe longitudinal 15 constitue un axe central du dispositif dans le sens longitudinal. Dans le mode de réalisation représenté, la deuxième chambre est en forme d'arc vers la sortie de deuxième chambre 6. Ainsi, la deuxième chambre 5 a une section en forme de U. La première entrée 2 est disposée selon un angle α de sensiblement 90° par rapport à l'axe central 15 et aux canaux de la membrane, qui sont en général parallèles à l'axe 15. Le dispositif 1 comprend un porte-membrane 20 et un porte-récipient 21, qui sont reliés de manière fixe les uns aux autres via des moyens de serrage amovibles 18. La membrane 7 est montée sur le porte-membrane 20 en serrant la membrane entre le porte-membrane 20 et la base 14. Le porte-membrane 20 est connecté de manière fixe à la base 14 via des moyens de serrage 18. Pour fixer en toute sécurité

un récipient en verre 19 entre le porte-membrane 20 et le porte-récipient 21, le coussinet 23, qui dans le cas particulier est un coussinet en mousse, peut être disposé entre le récipient 19 et le porte-récipient 21. Le porte-membrane 20 comprend une rainure 22 pour recevoir le récipient 19.

[0213] La figure 4 montre une vue éclatée du dispositif 1 partiellement coupé de la figure 2. Comme on peut le voir, la première chambre est partiellement formée par la base 14 et a la forme d'un hémisphère. La première entrée 2, qui est disposée selon un angle d'essentielle 90° par rapport à l'axe central 15, est disposée sur le pôle de l'hémisphère. L'embase 14 comprend la bague entretoise 16 qui permet l'utilisation de différentes membranes d'épaisseurs différentes et le porte-membrane 20 comprend la bague d'étanchéité 17. La membrane 7 est disposée entre les bagues 16 et 17. La conception du dispositif 1 avec des moyens de serrage réglables 18 permet d'utiliser des membranes de différentes épaisseurs. Le porte-membrane 20 comprend en outre une rainure circonférentielle 22 pour recevoir la partie d'extrémité inférieure du récipient 19. Des moyens de serrage 18 relient de manière fixe et amovible le porte-membrane 20 au porte-récipient 21.

[0214] La figure 5 montre une vue schématique d'un dispositif 1 qui peut être utilisé selon un mode de réalisation préféré de l'invention. La deuxième chambre 5 est formée par le récipient 19 et la membrane 7 qui sépare la première chambre 4 de la deuxième chambre 5. Le conteneur 19 comprend une sortie de deuxième chambre 6, qui est en connexion fluïdique avec le récipient de produit 29 et le récipient de déchets 30. En général, le débit de fluïde peut être contrôlé par une vanne, telle qu'une soupape à trois vannes. Le dispositif 1 comprend en outre un premier réservoir 24 qui est en communication fluïdique avec la première chambre 4 qui peut soit uniquement servir de réservoir pour fournir la phase grasse de l'étape a. dans la première chambre 4 via la première entrée 2, soit qui peut également servir de récipient de mélange pour préparer la phase grasse de l'étape a. Entre le premier réservoir 24 et la première entrée 2 est disposé un débitmètre pour mesurer le débit de fluïde de la phase grasse de l'étape a. Le premier réservoir 24 est en communication fluïdique avec la source de pression 32. En outre, le régulateur de pression 27a est disposé entre le premier réservoir 24 et la source de pression 32. En plus du premier réservoir 24, le dispositif 1 comprend un réservoir de rinçage 31 qui est également en communication fluïdique avec les deux premières chambre 4 et source de pression 32. Le réservoir de rinçage 31 est configuré pour fournir une solution de rinçage dans la première chambre 4 pour nettoyer le dispositif 1 après son utilisation prévue. En général, si une solution de rinçage est fournie à la première chambre 4, la vanne à trois voies disposée entre le récipient de produit 29 et le récipient de déchets 30 et la sortie de deuxième chambre 6 est configurée de sorte que la solution de rinçage puisse s'écouler dans le récipient de déchets 30. Le récipient de produit 29 peut par exemple servir directement de cuve de stockage. Le dispositif 1 comprend en outre un réchauffeur 33 configuré pour chauffer la première et la deuxième chambre lors de la production. De plus, la deuxième chambre 5 est en communication fluïdique avec le deuxième réservoir 25 pour alimenter la deuxième chambre 5 avec la phase aqueuse de l'étape b. Le limiteur de débit 26 et le débitmètre 28 sont agencés entre la deuxième chambre 5 et le second réservoir 25. Dans le mode de réalisation représenté, le limiteur de débit 26 est agencé derrière le débitmètre 28 dans le sens de l'écoulement. Le deuxième réservoir 25 est en outre en connexion fluïdique avec la source de pression 32. En outre, le régulateur de pression 27b est disposé entre le deuxième réservoir 25 et la source de pression 32. Le dispositif 1 comprend en outre un troisième réservoir 34 comprenant l'inducteur de gélification, le cas échéant sous forme d'une solution additionnelle, le troisième réservoir 34 étant en communication fluïdique avec la conduite de traitement 37. Entre le troisième réservoir 34 et la conduite de traitement 37 est disposé un débitmètre (non représenté) pour mesurer le débit de la solution additionnelle. Le troisième réservoir 34 est en outre en connexion fluïdique avec la source de pression 32.

[0215] La figure 6 montre une membrane monocouche 7 pour générer une dispersion d'une la phase grasse de l'étape a. dans une phase aqueuse de l'étape b., qui peut être utilisée dans un procédé et/ou un dispositif tel que décrit dans l'un quelconque des modes de réalisation décrits ici. La membrane 7 a un premier côté 8 (non représenté) et un deuxième côté 9 qui, dans un état opérationnel, font face à une deuxième chambre. De multiples micro-canaux 10 s'étendent à travers la membrane 7. Chaque canal 10 a un contour elliptique. De plus, la membrane 7 comprend un anneau d'étanchéité à membrane 44, qui entoure entièrement circonférentiellement la périphérie de la membrane.

[0216] La figure 7 montre schématiquement un autre mode de réalisation du procédé selon l'invention. La dispersion transitoire est générée de la même manière que dans le mode de réalisation de la figure 1. En figure 7, la conduite de traitement 37 en communication fluïdique avec le troisième réservoir 38 adapté pour assurer l'injection de l'inducteur de gélification (ou d'une solution additionnelle) est couplée à une colonne d'agitation 12. Ainsi, la dispersion transitoire obtenue en sortie 6 de deuxième chambre 5 est déplacée vers la colonne d'agitation 12 via une première entrée de la partie inférieure 20. L'inducteur de gélification (ou solution additionnelle) est introduit(e) depuis la troisième réservoir 38 via une seconde entrée de fluïde dans la colonne d'agitation 12. Cet(te) inducteur de gélification (ou solution additionnelle) est ensuite physiquement mélangé(e) à l'intérieur de la colonne d'agitation 12 avec la phase aqueuse continue de la dispersion transitoire, ce par quoi on obtient la dispersion suspensive finale. La colonne d'agitation 12 comprend une pluralité de tiges d'agitation comme éléments d'agitation. Les éléments d'agitation sont chacun disposés longitudinalement (c'est-à-dire le long de la direction longitudinale LO) à l'intérieur de la colonne tubulaire qui est disposée entre la partie de tête et la partie inférieure de la colonne d'agitation 12 et peuvent chacun tourner autour de l'axe longitudinal A de la colonne tubulaire. Selon un mode de réalisation particulier, la colonne d'agitation 12 peut également être configurée pour assurer une étape simultanée de refroidissement ou de chauffage. L'application d'un chauffage est particulièrement adaptée dans le cas où l'agent gélifiant hydrophile est un agent gélifiant sensible à la lumière, de manière à accélérer la cinétique de

réaction. L'application d'un chauffage peut être également avantageux dans le cas où l'on souhaite fabriquer des gouttes dotées d'une enveloppe d'alginate à partir d'une phase dispersée sous forme d'une émulsion inverse telle que décrite dans WO2022106361. En effet, un tel chauffage permet avantageusement d'accélérer la déstabilisation de cette émulsion inverse, et donc d'accélérer la formation de l'enveloppe.

[0217] La colonne d'agitation 12 comprend en outre une sortie qui est reliée fluidiquement au récipient 29 (non représentée).

[0218] Les tableaux suivants illustrent 3 exemples A, B et C de dispersions suspensives stables pouvant être fabriquées avec un procédé selon l'invention tel qu'illustré en figure 7.

[Tableau 1] : composition de la phase grasse de l'étape a.

[0219]

Matières premières	INCI	A/B/C
		%
Labrafac CC	Caprylic/Capric triglyceride	Qsp*
Nikkol Meadowfoam oil	Limnanthes Alba (Meadowfoam) Seed Oil	15
EMC30	Castor Oil/IPDI Copolymer (and) Caprylic/Capric Triglyceride	33,33
Natpure Col RED LC318L	Beta-Carotene (and) Helianthus Annuus (Sunflower) Seed Oil	0,012
Total		100

[Tableau 2] : compositions de phases aqueuses de l'étape b.

[0220]

Matières premières	INCI	A	B	C
		%		
Eau osmosée	Aqua	Qsp*		
Microcare PE	Phenoxyethanol	0,89		
Microcare Emollient PTG	Pentylene Glycol	2,22		
Glycerine 4811	Glycerin	2,22		
Zemea Select Propanediol	Propanediol	3,22		
EDETA BD	Disodium EDTA	0,044		
Butylene glycol 1.3	Butylene glycol	2,56		
Carbopol Ultrez 10	Carbomer	0,28	0	0
Satiagel VPC 508 P	Carrageenan (and) Chondrus Crispus Extract	0	0,4	0
KELCOGEL CG-LA	Gellan gum	0	0	0,21
Total		100	100	100

[Tableau 3] : composition de solutions additionnelles mises en œuvre en étape d.

[0221]

Matières premières	INCI	A	B	C
		%		
Eau osmosée	Aqua	Qsp*		

Matières premières	INCI	A	B	C
		%		
NaOH	Hydroxyde de Sodium	0,34	0	0
Chlorure de sodium	SODIUM CHLORIDE	0	10	2
Total		100	100	100

[0222] La préparation de la phase grasse, des phases aqueuses et des solutions additionnelles relève des connaissances générales de l'homme du métier.

[0223] Pour le procédé de fabrication selon l'invention, les débits d'injection des différentes phases sont les suivants :

[Tableau 4] :

[0224]

Phase	Débit (en ml/hr/canal)
Phase aqueuse dans deuxième chambre	120
Phase grasse dans première chambre	16,28
Solution additionnelle dans colonne d'agitation	14,28

[0225] On obtient ainsi facilement et en continu une composition sous forme d'une dispersion comprenant une phase grasse dispersée sous forme de gouttes d'une taille de 550 microns parfaitement suspendues dans une phase aqueuse continue transparente et visqueuse.

[0226] Cette suspension est stable et dure au moins 6 mois à température ambiante et au moins 1 mois à 40°C.

Revendications

- Procédé de fabrication d'une dispersion comprenant des gouttes de phase grasse en suspension dans une phase aqueuse continue, le procédé comprenant au moins les étapes consistant à :
 - fournir dans une première chambre au moins une phase grasse sous forme liquide, la phase grasse comprenant au moins une huile et optionnellement au moins un agent gélifiant lipophile ;
 - fournir dans une deuxième chambre au moins une phase aqueuse sous forme liquide, la phase aqueuse comprenant de l'eau et au moins un agent gélifiant hydrophile ;
 la première chambre et la deuxième chambre étant reliées fluidiquement par un ou plusieurs canaux, de préférence par des micro-canaux ;
 - guider la phase grasse de l'étape a. de la première chambre à travers le ou les canaux dans la deuxième chambre ; et
 - exposer la phase aqueuse de la dispersion de l'étape c. à au moins un inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile, ce par quoi on obtient une dispersion comprenant des gouttes de phase grasse en suspension dans la phase aqueuse continue.
- Procédé selon la revendication 1, dans lequel les gouttes comprennent un cœur formé d'au moins la phase grasse et une enveloppe.
- Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la phase grasse comprend au moins un agent gélifiant lipophile choisi parmi les agents gélifiants lipophiles organiques ou minéraux, polymériques ou moléculaires ; les corps gras solides à température et pression ambiante ; et leurs mélanges.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la phase grasse comprend entre 0,5% et 30%, de préférence de 1% et 25%, en particulier de 1,5% et 20%, mieux de 2% et 15%, et tout particulièrement de 5% et 12%, en poids d'agent(s) gélifiant(s) lipophile(s) par rapport au poids total de la phase grasse.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la phase aqueuse comprend au moins un agent gélifiant hydrophile choisi parmi :
 - un agent gélifiant ionosensible, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins un sel ;
 - un agent gélifiant sensible au pH, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins une base, de préférence un hydroxyde d'alcalin, et mieux l'hydroxyde de sodium ;
 - un agent gélifiant thermosensible, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins un abaissement de la température ; et/ou
 - un agent gélifiant sensible à la lumière, auquel cas l'agent inducteur de gélification est au moins la lumière, notamment la lumière visible ou UV ; et

– leurs mélanges.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la phase aqueuse comprend entre 0,01 % et 5%, de préférence entre 0,05 % et 2,5%, mieux entre 0,05 % et 1 %, et tout particulièrement entre 0,08 % et 0,5%, en poids d'agent(s) gélifiant(s) hydrophile(s) par rapport au poids total de la phase aqueuse.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape d. d'exposition de la phase aqueuse à au moins un inducteur de gélification de l'agent gélifiant hydrophile est réalisée dans la deuxième chambre et/ou après la sortie de la deuxième chambre, de préférence après la sortie de la deuxième chambre.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape d. consiste à injecter dans la phase aqueuse au moins une solution additionnelle comprenant au moins de l'eau et au moins un inducteur de gélification.
9. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel la solution additionnelle comprend entre 0,01 % et 30%, de préférence entre 0,1% et 20%, mieux entre 1% et 15%, et tout particulièrement entre 2% et 10%, en poids d'inducteur(s) de gélification par rapport au poids total de la solution additionnelle.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la phase aqueuse obtenue à l'issue de l'étape d. a un seuil d'écoulement supérieur à 0,1 Pa, en particulier supérieur à 1 Pa, et de préférence compris entre 0,5 Pa et 100 Pa, en particulier entre 1 Pa et 75 Pa, tout particulièrement entre 2 Pa et 50 Pa, voire entre 5 Pa et 25 Pa, et mieux entre 10 Pa et 20 Pa.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la phase grasse comprend au moins une, de préférence une unique, goutte interne d'une phase interne immiscible avec la phase grasse.
12. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel l'étape d. comprend une agitation, de préférence l'agitation s'effectue avec un agitateur sous agitation de 10 tr/min à 800 tr/min, de préférence de 25 tr/min à 500 tr/min, en particulier de 50 tr/min à 350 tr/min, et mieux à 100 tr/min à 150 tr/min.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la pression appliquée à la première chambre est inférieure à la pression appliquée à la deuxième chambre, et de préférence :
 - une pression de 1,01 bar à 1,15 bar, de préférence de 1,03 bar à 1,07 bar, est appliquée à la première chambre ; et/ou
 - une pression de 1,02 bar à 1,2 bar, de préférence de 1,05 bar à 1,1 bar, est appliquée à la deuxième chambre.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel après l'étape d., les gouttes formées sont isolées, durcies et/ou conservées.
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les gouttes de la dispersion de l'étape d. possèdent un diamètre moyen compris entre 150 μm et 3 000 μm , de préférence entre 250 μm et 2 000 μm , en particulier entre 500 μm et 1 500 μm , et mieux entre 750 μm et 1 000 μm , de préférence avec un coefficient de variation inférieur ou égal à 10%, de préférence inférieur ou égal à 5%, et mieux inférieur ou égal à 3%.
16. Composition, notamment cosmétique, comprenant au moins une dispersion produite selon le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, optionnellement en association avec un milieu physiologiquement acceptable.

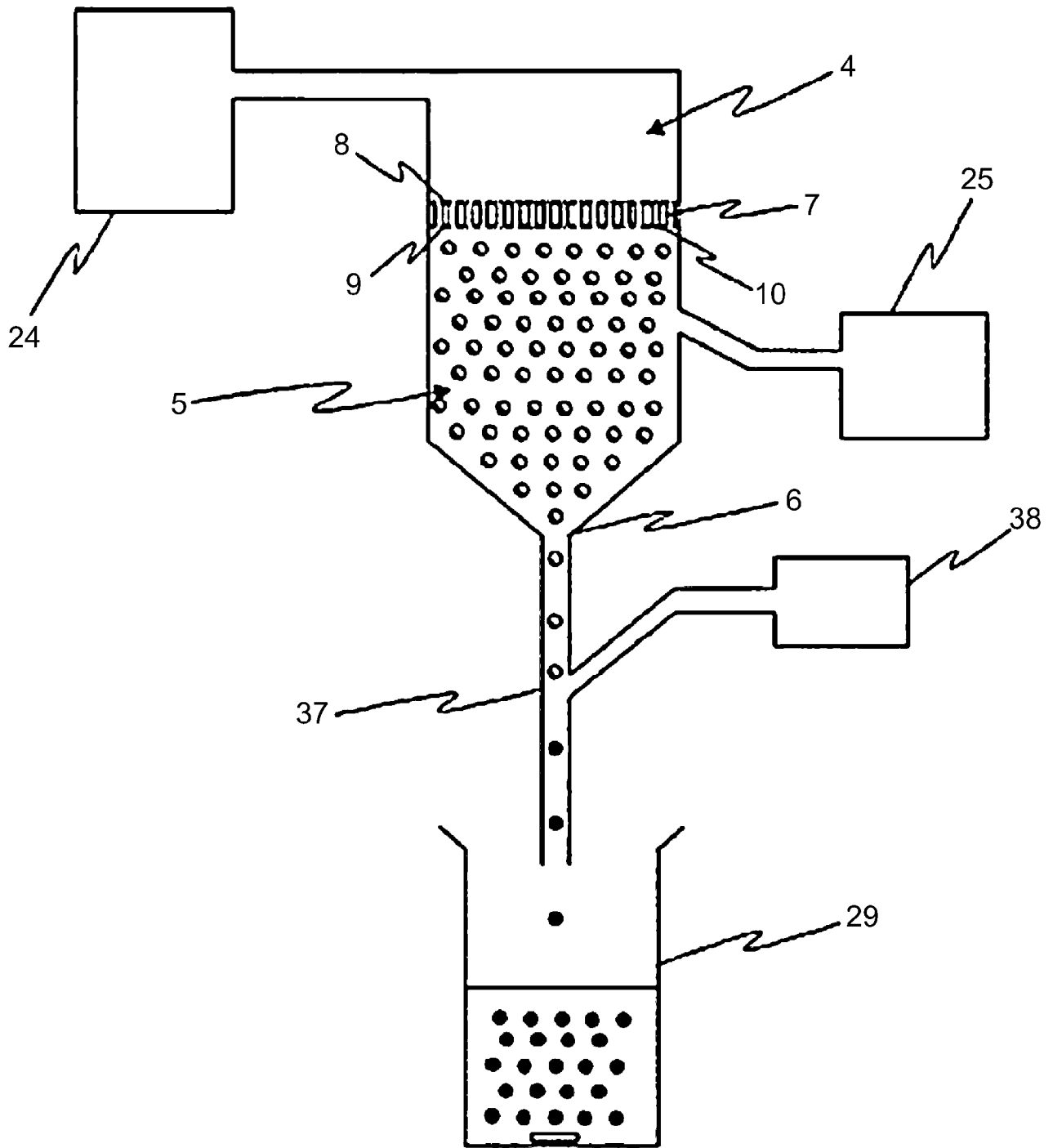


FIG.1

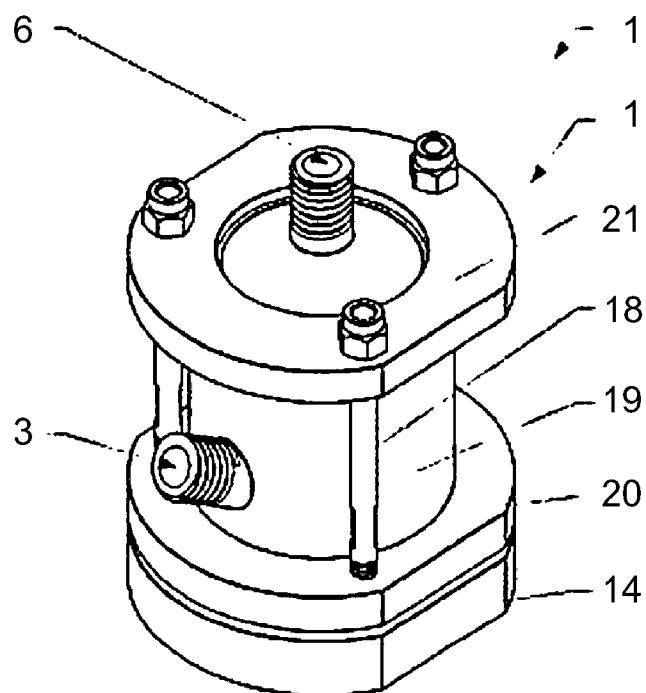


FIG.2

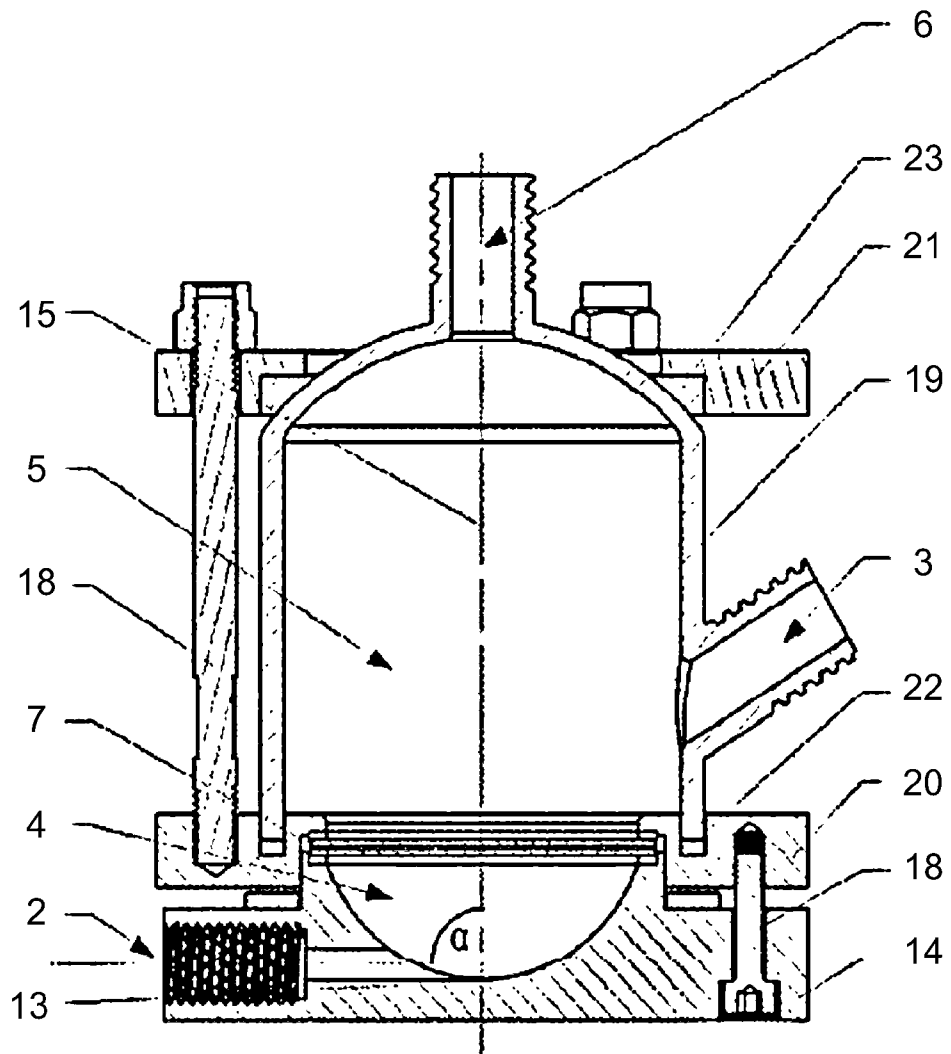


FIG.3

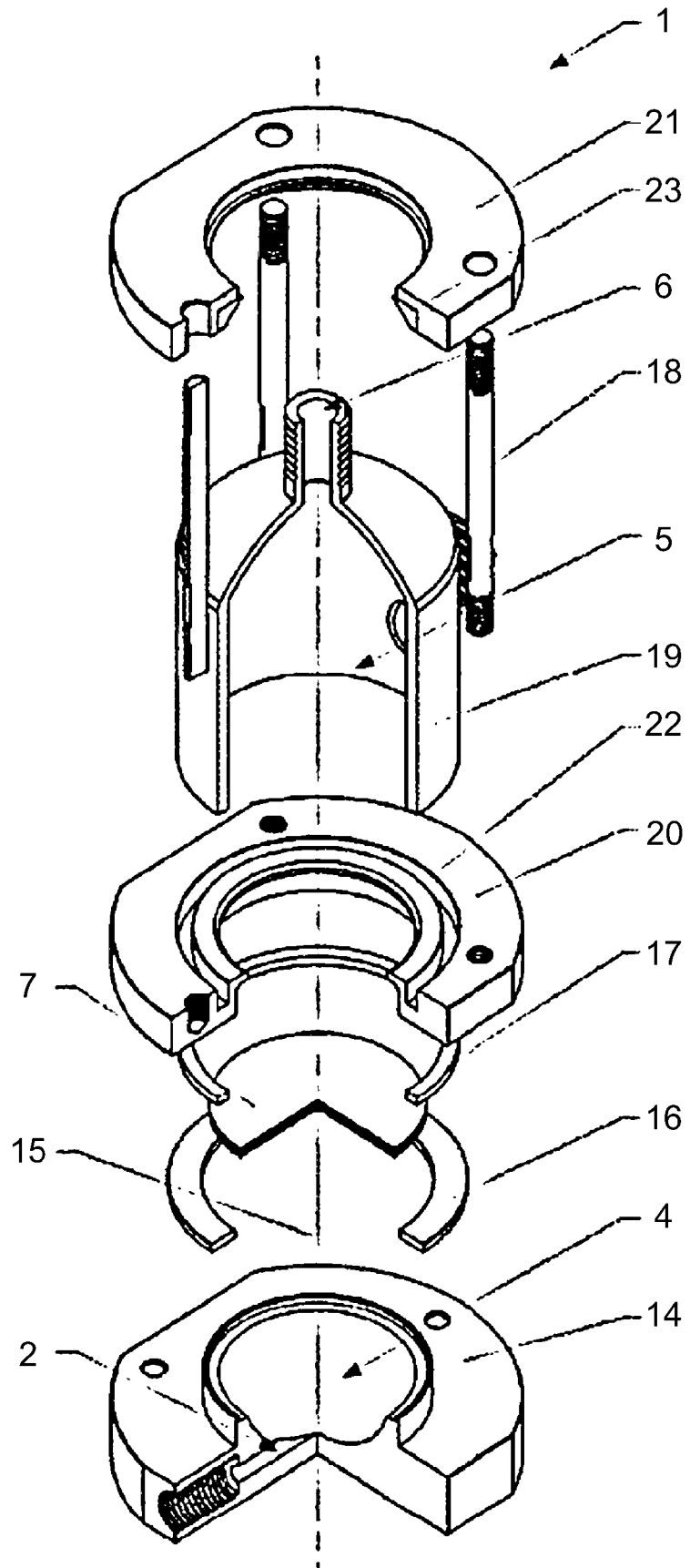


FIG.4

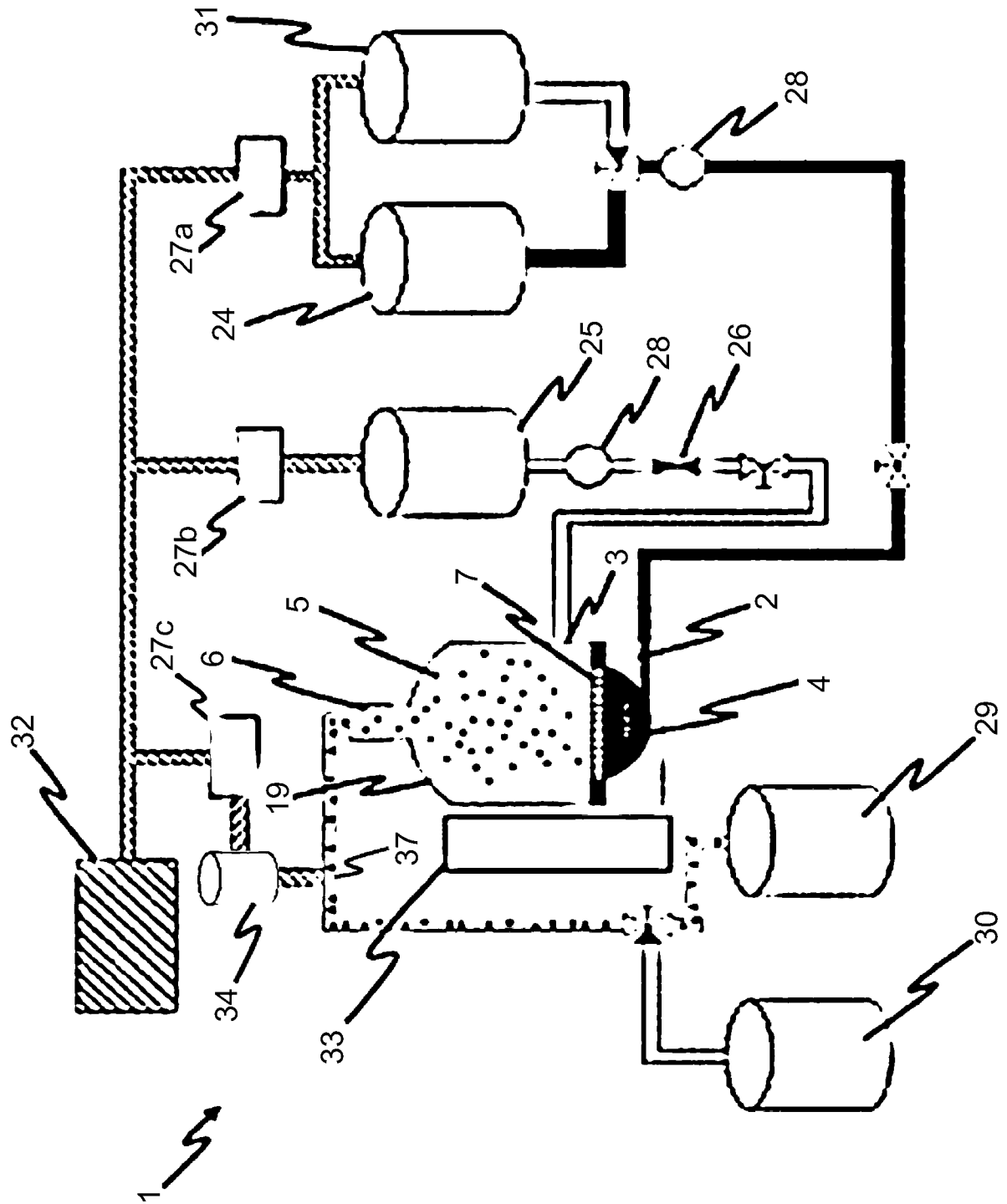


FIG. 5

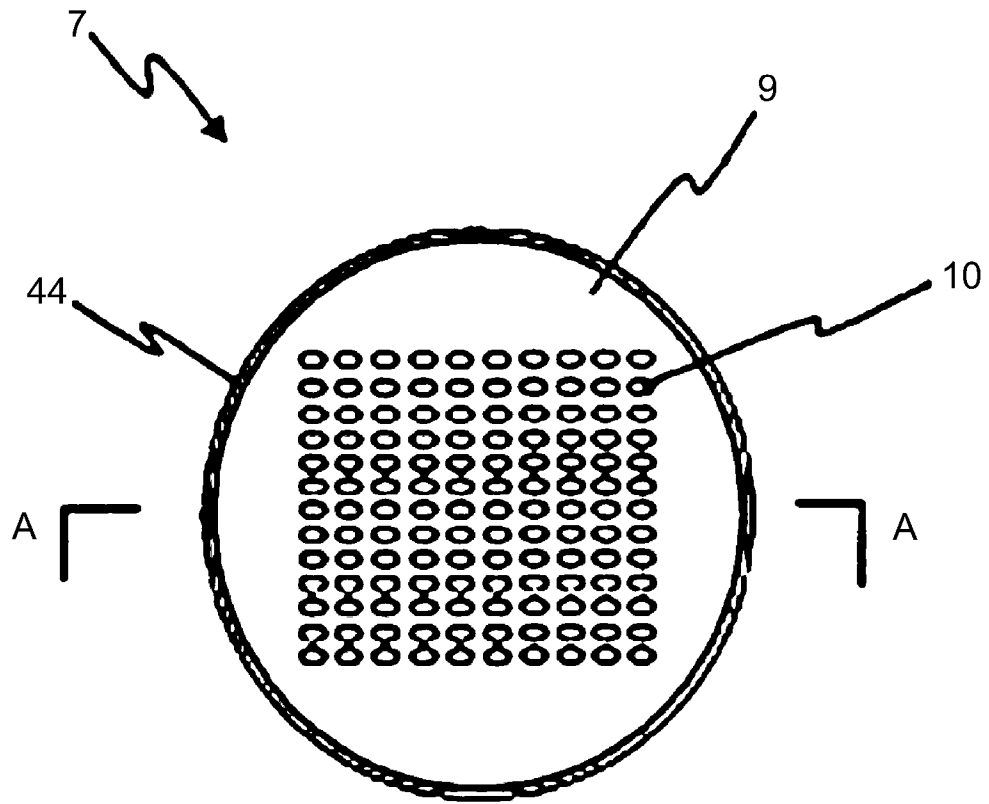


FIG. 6

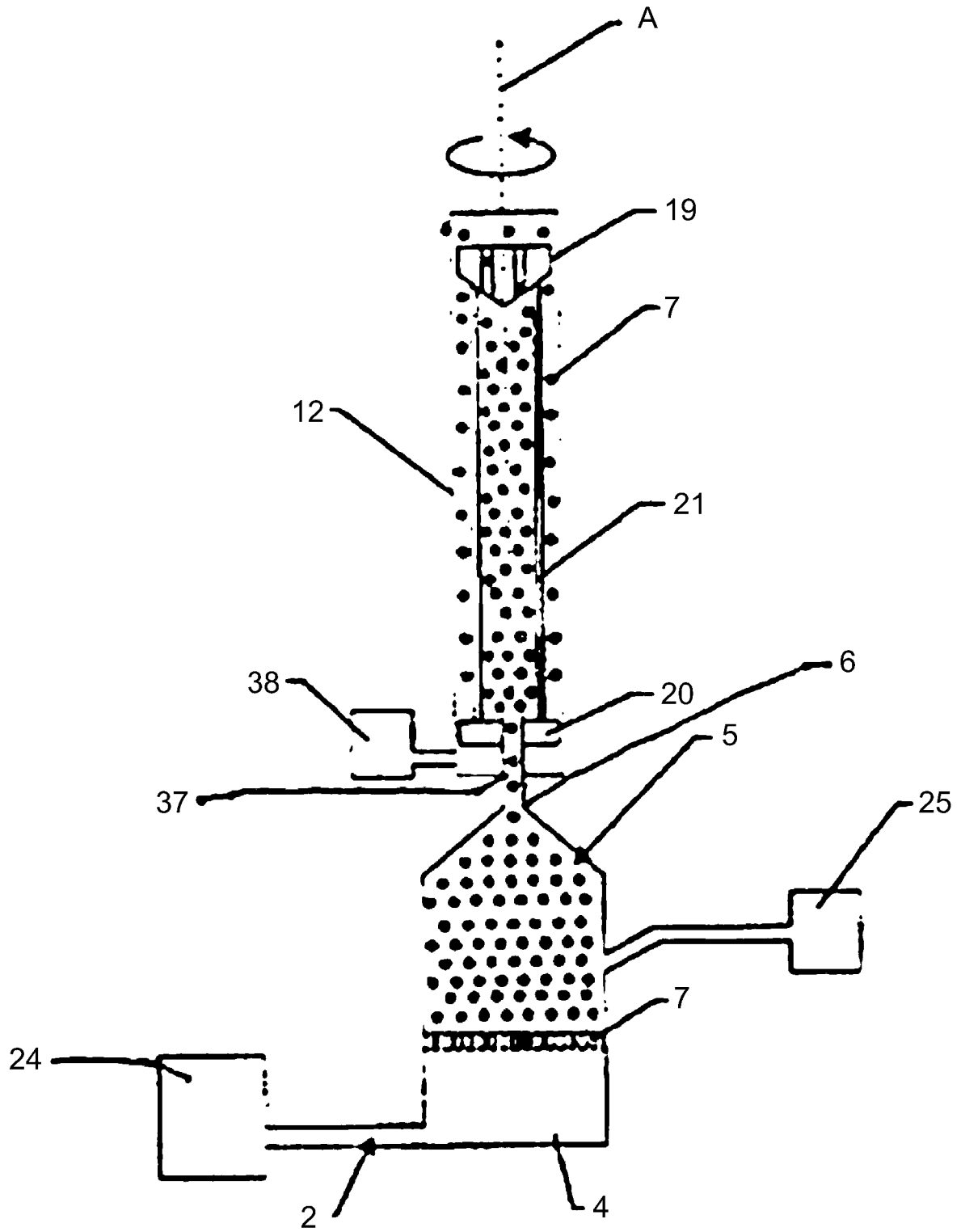


FIG.7