

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 15.05.00.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 16.11.01 Bulletin 01/46.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71 Demandeur(s) : RHODIA CHIMIE — FR.

72 Inventeur(s) : DELPRATO FRANCOIS et TIENFEN-
THALER KARL HEINRICH OSKAR.

73 Titulaire(s) :

74 Mandataire(s) : CABINET LAVOIX.

54 COMPOSITION PULVERULENTE D'HYDROCOLLOIDES PRESENTANT UNE DISPERSABILITE AMELIOREE
EN MILIEU AQUEUX ET PROCEDE POUR LEUR PREPARATION.

57 La présente invention a pour objet un procédé pour la
préparation d'une composition pulvérulente d'hydrocolloïde
(s) présentant une bonne dispersabilité en milieu aqueux,
sans la formation de grumeaux, et dont le temps d'hydrata-
tion est contrôlable, comprenant les étapes consistant à
préparer une poudre de réticulation potentiellement réactive
par mise en contact d'une poudre-support à forte capacité
d'absorption avec un agent de réticulation apte à réticuler
une poudre d'hydrocolloïde (s) sous l'effet de la chaleur;
mélanger à sec ladite poudre avec une poudre d'hydrocol-
loïde (s); éventuellement traiter ledit mélange des poudres
avec de l'eau contenant éventuellement des sels; et traiter
thermiquement ledit mélange des poudres.

L'invention a également pour objet une composition pul-
vérulente d'hydrocolloïde (s) telle que précitée comprenant
au moins un composant hydrocolloïde réticulé, une quantité
résiduelle d'agent de réticulation inférieure à 1000 ppm, une
poudre-support et éventuellement de l'eau.



La présente invention concerne des compositions pulvérulentes d'hydrocolloïde(s) présentant une bonne dispersabilité en milieu aqueux (pas de formation de grumeaux) et un temps d'hydratation court et contrôlable. Elle concerne plus spécifiquement des compositions à base de polysaccharides tels que dérivés cellulosiques, dérivés d'amidon, galactomanannes, biopolymères tels que gomme de xanthane, etc., dont la dispersion en milieu aqueux peut être facilement et très rapidement obtenue, présentant seulement un faible retard à l'hydratation et stables au stockage.

L'invention concerne également un procédé pour la préparation de telles compositions pulvérulentes d'hydrocolloïde.

Elle concerne encore, à titre de produit intermédiaire, une poudre de réticulation potentiellement réactive destinée à la préparation des compositions précitées.

Les hydrocolloïdes solubles dans l'eau comme la gomme de xanthane ou la gomme de guar par exemple, présentent d'intéressantes propriétés texturantes, et trouvent ainsi des applications en particulier comme agents épaississants ou viscosants, stabilisants, émulsifiants, gélifiants ou liants, dans les industries cosmétique, alimentaire, agrochimique et pharmaceutique et les domaines des teintures, de la détergence, du papier, des matériaux de construction, des fluides de forage, etc.

L'incorporation de ces hydrocolloïdes, sous forme pulvérulente, dans des solutions aqueuses n'est toutefois pas facile et pose des problèmes d'application liés en particulier à la formation de grumeaux. Même dans des conditions d'agitation sévères avec des durées de mélange prolongées, il est quelquefois difficile voire impossible d'obtenir une dispersion quasi totale de la poudre d'hydrocolloïde(s) sans formation de grumeaux. La formation des grumeaux rend très difficile l'hydratation de la poudre d'hydrocolloïde(s).

On a donc cherché à améliorer la dispersabilité des hydrocolloïdes.

Une des méthodes chimiques la plus couramment mise en œuvre consiste à utiliser des agents de réticulation de type aldéhyde et plus particulièrement des dialdéhydes parmi lesquels le glyoxal est le plus
5 souvent employé compte tenu de ses propriétés chimiques spécifiques.

Dans le cas de la gomme xanthane par exemple, l'introduction de l'agent de réticulation, qui est le plus souvent le glyoxal, se fait lors de la production de la gomme par fermentation de bactéries *Xanthomonas*
10 *campestris*. Ainsi, une solution de glyoxal est additionnée au bouillon de fermentation à pH d'environ 7 ou 8. Le glyoxal peut être également additionnée à tout moment une fois l'opération de fermentation accomplie, par exemple après précipitation et séchage de la gomme, celle-ci étant alors mélangée et broyée avec la solution de glyoxal.

15 Dans certains cas, le mélange résultant de l'ajout de glyoxal au bouillon de fermentation, est chauffé à une température généralement comprise entre 70°C et 100°C.

Bien que l'on puisse améliorer la dispersabilité en milieu aqueux
20 des hydrocolloïdes par traitement avec des aldéhydes, des problèmes peuvent survenir, selon les applications, du fait de la quantité d'agent de réticulation résiduel relativement importante présente dans le produit final. En effet, les teneurs en glyoxal sont généralement comprises entre 2000 et 50 000 ppm dans les produits obtenus par les procédés antérieurs

25 Un autre problème qui peut se poser est la répartition du glyoxal par rapport à l'hydrocolloïde. Sans une bonne répartition, lorsque de faibles quantités de glyoxal sont mises en jeu (inférieures à 2 000 ppm), les poudres résultantes donnent lieu au phénomène de grumeaux lors de leur dispersion en milieu aqueux comme évoqué précédemment.

De plus, ces poudres n'ont pas une bonne stabilité au stockage en ce sens que leurs propriétés d'hydratation sont modifiées lors du stockage pendant des périodes prolongées.

5 Un objectif de la présente invention est de fournir des poudres d'hydrocolloïde très facilement dispersables en milieu aqueux sans formation de grumeaux.

Un autre objectif de l'invention est de fournir de telles poudres d'hydrocolloïdes qui ne contiennent au final qu'une très faible quantité
10 résiduelle d'agent de réticulation.

Un autre objectif de la présente invention est encore de fournir de telles poudres stables au stockage même de longue durée.

Un autre objectif de l'invention est aussi de fournir des poudres d'hydrocolloïdes pour lesquelles le temps d'hydratation en milieu aqueux est
15 contrôlable.

L'invention a également pour objectif de fournir un procédé simple et peu coûteux pour la préparation des poudres ci-dessus.

Ces buts ainsi que d'autres qui apparaîtront à la lecture de la
20 description qui va suivre sont atteints par la présente invention qui a pour objet un procédé pour la préparation d'une composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) présentant une bonne dispersabilité en milieu aqueux, sans formation de grumeaux, et dont le temps d'hydratation est contrôlable, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

- 25 • Préparer une poudre de réticulation potentiellement réactive par mise en contact d'une poudre-support à forte capacité d'absorption avec un agent de réticulation apte à réticuler une poudre d'hydrocolloïde(s) sous l'effet de la chaleur,
- mélanger à sec ladite poudre de réticulation potentiellement réactive
30 avec une poudre d'hydrocolloïde(s),

- éventuellement traiter à l'eau contenant éventuellement des sels, ledit mélange des poudres,
- traiter thermiquement ledit mélange des poudres.

5 L'invention a également pour objet une composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) présentant une bonne dispersabilité en milieu aqueux, sans formation de grumeaux, et dont le temps d'hydratation est contrôlable, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un composant hydrocolloïde réticulé, une quantité résiduelle d'agent de réticulation inférieure à 1000
10 ppm, une poudre-support et éventuellement de l'eau.

L'invention va être décrite plus en détail ci-après :

Le procédé selon l'invention consiste tout d'abord à préparer une
15 poudre de réticulation potentiellement réactive par mise en contact d'un agent de réticulation avec une poudre-support, cette poudre de réticulation étant destinée à être mise en réaction, par voie sèche, avec une poudre d'hydrocolloïde(s).

La poudre-support est avantageusement une poudre fine
20 présentant une forte capacité d'absorption et qui est inerte, c'est-à-dire ne présente pas de caractère réactif, à la fois vis-à-vis de l'agent de réticulation pour lequel elle sert de support et vis-à-vis du ou des hydrocolloïde(s) avec lesquels elle sera par la suite mise en contact.

Parmi les poudres convenant aux fins de l'invention, on peut citer
25 de manière non limitative les silices, les silicoaluminates, le kaolin, la bentonite, les argiles, la célite, les zéolithes, l'alumine, le carbonate de calcium précipité.

Les caractéristiques de la poudre-support sont sélectionnées de manière à obtenir un fort pouvoir absorbant et une fine taille de particules.

Selon l'invention, on préfère utiliser de la silice par exemple de type Tixosil® (RHODIA) ou un silicoaluminate par exemple de type Tioxalex® (RHODIA)

5 De manière typique, on peut utiliser pour la mise en œuvre de l'invention, une silice possédant une taille de particules comprise entre 10 et 15 microns (mesure par granulométrie laser) et une capacité d'absorption comprise entre 250 et 350 ml d'huile pour 100 g de silicone (D.O.P : méthode de prise d'huile ISO 787/5 en mettant en œuvre du dioctyphtalate).

10 L'agent de réticulation est quant à lui choisi de manière à pouvoir se fixer sur et/ou dans la poudre-support et à réticuler, sous l'action de la chaleur, le ou les hydrocolloïde(s) avec lesquels il sera par la suite mis en contact.

L'agent de réticulation comprend un ou plusieurs aldéhydes qui peuvent être choisis parmi les monoaldéhydes, les dialdéhydes ou les polyaldéhydes de faible poids moléculaire.

15 Les dialdéhydes sont préférés aux fins de l'invention parmi lesquels on choisit préférentiellement le glyoxal.

La quantité d'agent de réticulation absorbée sur et/ou dans la poudre-support est ajustée afin d'obtenir une bonne dispersion finale de la composition d'hydrocolloïde(s), notamment en fonction de la poudre d'hydrocolloïde(s) à traiter et des caractéristiques de la poudre-support.

Conformément à l'invention, on prévoit une quantité d'agent de réticulation inférieure à 2000 ppm en poids par rapport à l'hydrocolloïde et de préférence une quantité comprise entre 200 et 1600 ppm en poids.

25 Le mode de mise en contact de l'agent de réticulation avec la poudre-support n'est pas particulièrement limité selon l'invention. Elle peut être réalisée notamment par imprégnation ou par pulvérisation.

Conformément à l'invention, on préfère procéder par pulvérisation d'une solution aqueuse d'agent de réticulation sur la poudre-support.

Dans le cas d'une imprégnation, généralement un volume déterminé de solution aqueuse d'agent de réticulation, est ajouté goutte à goutte à la poudre-support.

5 Toujours dans le cas d'une imprégnation, on peut éventuellement envisager de tremper la poudre-support dans un volume déterminé de solution aqueuse d'agent de réticulation.

Une fois la solution d'agent de réticulation ajoutée à la poudre-support, l'ensemble est mélangé pendant une durée suffisante à l'obtention d'un mélange pulvérulent homogène. La poudre de réticulation
10 potentiellement réactive obtenue au final doit avantageusement garder un aspect finement divisé, proche de la poudre-support de départ. On peut aussi bien mélanger l'agent de réticulation et la poudre-support à la main ou procéder par tout moyen connu, notamment dans un mélangeur classique, par exemple de type Lödige.

15 La mise en contact de la poudre-support avec l'agent de réticulation est éventuellement réalisée en présence d'un acide, de préférence minéral, qui favorise l'absorption de l'agent de réticulation sur et/ou dans ladite poudre-support. Cet acide est avantageusement choisi parmi l'acide phosphorique, l'acide sulfurique et l'acide chlorhydrique ou
20 leurs mélanges.

On peut aussi éventuellement prévoir d'ajouter de l'eau pour réaliser le mélange agent de réticulation/poudre-support.

Selon un mode de réalisation préférentiel de l'invention, pour 100 parties de poudre-support, on prévoit 5 à 50 parties d'une solution de glyoxal
25 à 40 %, 0 à 200 parties d'eau et 0 à 100 parties d'acide minéral.

L'invention a pour objet, à titre de produit intermédiaire, la poudre de réticulation potentiellement réactive décrite ci-dessus, destinée à la préparation de compositions pulvérulentes d'hydrocolloïde(s) telles que
30 celles décrites plus spécifiquement ci-après.

Elle a encore pour objet l'utilisation de la poudre de réticulation potentiellement réactive précitée pour la préparation de compositions pulvérulentes d'hydrocolloïde(s) présentant une bonne dispersabilité en milieu aqueux, sans formation de grumeaux, et dont le temps d'hydratation est contrôlable, explicitées ci-dessous.

Sans que l'on soit lié par une quelconque théorie, on pense que l'utilisation d'une poudre-support pour l'agent de réticulation permet une meilleure répartition et distribution ultérieures de l'agent de réticulation par rapport à l'hydrocolloïde en particulier lorsque la quantité d'agent de réticulation est faible comme cela est le cas selon la présente invention.

Le procédé selon l'invention consiste, dans une seconde étape, à mettre en contact la poudre de réticulation potentiellement réactive avec une poudre d'hydrocolloïde par mélange à sec.

La poudre d'hydrocolloïde peut être constituée d'un hydrocolloïde ou d'un mélange d'hydrocolloïdes choisis parmi les biopolymères, notamment la gomme xanthane, les galactomannanes tels que la gomme de guar, la gomme de caroube, la gomme de tara, les dérivés cellulosiques, l'amidon et ses dérivés, etc.

Le procédé selon l'invention est de préférence appliqué à la gomme xanthane ou à un mélange gommes xanthane/guar.

Le mélange des poudres peut être réalisé par tout moyen connu. On peut ainsi utiliser un mélangeur classique, par exemple de type Drais.

Après cette étape, on peut éventuellement prévoir l'addition, préférentiellement par pulvérisation, d'eau ou d'eau contenant des sels, notamment des sulfates et/ou des chlorures tels que Na_2SO_4 et NaCl , afin de pouvoir contrôler le temps d'hydratation de la poudre d'hydrocolloïde(s) lorsqu'elle sera dispersée en milieu aqueux, cette dispersion finale n'étant alors plus instantanée selon la définition précisée ci-après.

Le mélange des poudres est ensuite traité thermiquement à une température comprise entre 30°C et 100°C, de préférence entre 50°C et 80°C.

5 La durée du traitement est déterminée de manière à permettre la réticulation, au moins partielle, du ou des hydrocolloïde(s) par l'agent de réticulation. D'une manière générale, on prévoit une durée de traitement ne dépassant pas 5 heures, avantageusement comprise entre 5 minutes et 5 heures, de préférence entre 10 minutes et 1 heure.

10 Le procédé selon l'invention présente l'avantage de ne pas nécessiter d'opération supplémentaire de broyage ou de séchage ce qui en fait un procédé plus simple et moins coûteux que les procédés proposés jusqu'à présent.

15 La composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) selon l'invention comprend un composant hydrocolloïde réticulé, une quantité résiduelle d'agent de réticulation inférieure à 1 000 ppm en poids par rapport à l'hydrocolloïde, de la poudre-support et éventuellement de l'eau.

20 La quantité d'agent de réticulation peut être déterminée par un dosage chromatographique en phase liquide de la 2,4-dinitrophénylhydrazone après extraction au méthanol.

L'expression « composant hydrocolloïde » désigne ici un composé hydrocolloïde unique ou un mélange de composés hydrocolloïdes comme indiqué précédemment dans le cadre du procédé de l'invention.

25

La quantité résiduelle d'agent de réticulation représente la proportion d'agent de réticulation n'ayant pas réagi avec le ou les hydrocolloïdes.

30 Cette quantité résiduelle n'excède pas 1 000 ppm, ce qui est très faible notamment par rapport aux procédés connus jusqu'à ce jour.

La poudre-support présente dans la composition finale correspond à la poudre ayant servi de support pour l'agent de réticulation et est telle que définie ci-dessus dans le cadre de la poudre de réticulation potentiellement réactive. Celle-ci représente au maximum 20 % en poids de la composition finale, de préférence 0,5 % à 5 % en poids.

La composition finale peut également comprendre de l'eau provenant essentiellement des constituants mis en réaction. Celle-ci représente généralement 5 à 20 % en poids de la composition finale, préférentiellement 8 à 15 % en poids.

La composition pulvérulente d'hydrocolloïde selon l'invention possède la propriété de pouvoir être dispersée de manière instantanée en milieu aqueux.

Conformément à l'invention, par « bonne dispersion » on entend une dispersion sans la formation de grumeaux, que l'on peut obtenir par simple mélange audit milieu aqueux, par exemple à la main. Le temps d'hydratation est quant à lui de quelques secondes à 3 minutes, plus préférentiellement d'une dizaine de secondes à 2 minutes et demi. Ceci s'oppose aux poudres d'hydrocolloïdes disponibles jusqu'à présent qui nécessitaient, des conditions de dispersion sévères et/ou des durées d'hydratation prolongées ou donnaient lieu à l'apparition d'agglomérats ne permettant pas une dispersion homogène. Le test d'hydratation consiste à mesurer le temps nécessaire pour la disparition du vortex lorsque l'on ajoute 1,5 g de la poudre à tester dans 150 ml d'eau synthétique (de composition 323,4 mg de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans 1 l d'eau distillée) avec une agitation magnétique à 750 tour/minutes. A titre d'exemple, le Rhodopol® 50 MD (commercialisé par la société Rhodia) présente un temps d'hydratation de 20 minutes.

L'expression « milieu aqueux » utilisée ici désigne de l'eau ou de l'eau additionnée de sel (saumur) dont le pH est généralement voisin de la neutralité.

5 Comme cela a été décrit précédemment, les compositions d'hydrocolloïde selon l'invention peuvent présenter une dispersion contrôlée c'est-à-dire, une dispersion qui n'est pas « instantanée » au sens donné ci-dessus mais qui est néanmoins déterminée dans le temps.

10 Les compositions pulvérulentes d'hydrocolloïdes selon l'invention présentent l'avantage d'être stables au stockage c'est-à-dire qu'elles conservent leurs propriétés, en particulier celles explicitées ci-dessus, pendant une durée d'au moins 6 mois.

15 Les compositions selon l'invention trouvent des applications comme agents épaississants ou viscosants ou comme stabilisants, émulsifiants, gélifiants ou liants, dans les industries cosmétique, alimentaire, agrochimique et pharmaceutique et les domaines des teintures, de la détergence, du papier, des matériaux de construction, des fluides de forage, etc.

20 La présente invention est illustrée ci-après à l'aide des exemples suivants qui ne doivent pas être considérés comme limitatifs.

EXEMPLES

EXEMPLE 1

25 2,3 parties d'un mélange composé de 100 parties de silice Tixosil® (commercialisée par la société Rhodia), de 100 parties d'eau et de 30 parties d'une solution contenant 40% de glyoxal en masse sont mélangés de façon homogène à 100 parties de gomme xanthane. Le mélange est porté à 60°C pendant 60 minutes puis tamisé pour éliminer les particules
30 supérieures à 450µm. Le refus du tamis est le plus souvent inférieur à 0,5%. Le produit obtenu se disperse dans l'eau sans grumeaux. La teneur en

glyoxal dans le produit final est de 464 ppm. Le temps d'hydratation est de 20 secondes.

EXEMPLE 2

- 5 2,3 parties d'un mélange composé de 100 parties de silice Tixosil® (commercialisée par Rhodia), de 87,5 parties d'eau, de 12,5 parties d'un acide phosphorique à 75% et de 30 parties d'une solution contenant 40% de glyoxal en masse, sont mélangés de façon homogène à 100 parties de gomme guar. Le mélange est porté à 70°C pendant 1 heure puis tamisé pour
10 éliminer les particules supérieures à 450µm. Le refus du tamis est le plus souvent inférieur à 0,5%. Le produit obtenu se disperse dans l'eau sans grumeaux. Le temps d'hydratation est de 2 minutes et 10 secondes

EXEMPLE 3

- 15 1,8 parties d'un mélange composé de 100 parties de silicoaluminate Tioxlex®-17 (commercialisé par la société Rhodia), 50 parties d'eau et de 30 parties d'une solution contenant 40% de glyoxal en masse sont mélangés de façon homogène à 100 parties de gomme xanthane. Le mélange est porté à 70°C pendant 1 heure puis tamisé pour éliminer les particules supérieures à
20 450 µm. Le refus du tamis est le plus souvent inférieur à 0,5%. Le produit obtenu se disperse dans l'eau sans grumeaux. La teneur en glyoxal dans le produit final est de 860 ppm. Le temps d'hydratation est de 25 secondes.

EXEMPLE 4

- 25 2,3 parties d'un mélange composé de 100 parties de silice Tixosil® (commercialisée par la société Rhodia), de 100 parties d'eau et de 30 parties d'une solution contenant 40% de glyoxal en masse sont mélangés de façon homogène à 100 parties d'un mélange contenant 90% de gomme xanthane et 10% de gomme de guar. Le mélange est porté à 60°C pendant 30
30 minutes puis tamisé pour éliminer les particules supérieures à 450µm. Le

refus du tamis est le plus souvent inférieur à 0,5%. Le produit obtenu se disperse dans l'eau sans grumeaux. La teneur en glyoxal dans le produit final est de 685 ppm. Le temps d'hydratation est de 35 secondes.

REVENDICATIONS

1/ Procédé pour la préparation d'une composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) présentant une bonne dispersabilité en milieu aqueux, sans la formation de grumeaux, et dont le temps d'hydratation est
5 contrôlable, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

- Préparer une poudre de réticulation potentiellement réactive par mise en contact d'une poudre-support à forte capacité d'absorption avec un agent de réticulation apte à réticuler une poudre d'hydrocolloïde(s) sous l'effet de la chaleur,
- 10 • mélanger à sec ladite poudre de réticulation potentiellement réactive avec une poudre d'hydrocolloïde(s),
- éventuellement traiter ledit mélange des poudres avec de l'eau contenant éventuellement des sels ,
- traiter thermiquement ledit mélange des poudres.

15

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la poudre-support est choisie parmi les silices, les silicoaluminates, le kaolin, la bentonite, les argiles, la célite, les zéolithes, l'alumine, le carbonate de calcium précipité.

20

3/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre-support consiste en une silice ou un silicoaluminate.

25

4/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre-support consiste en de la silice possédant une taille de particules comprise entre 10 et 15 microns (mesure par granulométrie laser) et une capacité d'adsorption comprise entre 250 et

350 ml d'huile pour g de silice (D.O.P. : méthode de prise d'huile ISO 787/5 en mettant en œuvre du dioctylphtalate).

5/ Procédé selon l'une quelconque des revendications
5 précédentes, caractérisé en ce que l'agent de réticulation comprend un ou plusieurs aldéhydes choisis parmi les monoaldéhydes, les dialdéhydes et les polyaldéhydes de faible poids moléculaire, les dialdéhydes étant préférés.

6/ Procédé selon l'une quelconque des revendications
10 précédentes, caractérisé en ce que l'agent de réticulation est du glyoxal.

7/ Procédé selon l'une quelconque des revendications
précédentes, caractérisé en ce que l'agent de réticulation est en solution aqueuse et est mis en contact avec la poudre-support par pulvérisation.

15

8/ Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'agent de réticulation est mis en contact avec la poudre support par imprégnation.

9/ Procédé selon l'une quelconque des revendications
20 précédentes, caractérisé en ce que la mise en contact de l'agent de réticulation avec la poudre-support est effectuée en présence d'un acide de préférence minéral et/ou d'eau.

10/ Procédé selon l'une quelconque des revendications
25 précédentes, caractérisé en ce que l'on utilise en acide minéral choisi parmi

l'acide phosphorique, l'acide sulfurique et l'acide chlorhydrique ou les mélanges de ceux-ci.

5 11/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que pour 100 parties de poudre-support, on prévoit 5 à 50 parties d'une solution de glyoxal à 40 %, 0 à 200 parties d'eau et 0 à 100 parties d'acide minéral.

10 12/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre d'hydrocolloïde comprend un ou plusieurs hydrocolloïde(s) choisi(s) parmi les biopolymères, notamment la gomme xanthane, les galactomannanes tels que la gomme de guar, la gomme de caroube, la gomme de tara, les dérivés cellulosiques, les dérivés d'amidon.

15

13/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre d'hydrocolloïde est une poudre de gomme xanthane.

20

14/ Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que la poudre d'hydrocolloïde est une poudre comprenant un mélange de gommes xanthane et guar.

25 15/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la quantité d'agent de réticulation est inférieure à 2000 ppm en poids par rapport à la poudre d'hydrocolloïde (s) traitée et est de préférence comprise entre 200 et 1600 ppm en poids.

16/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange de la poudre de réticulation potentiellement réactive et de la poudre d'hydrocolloïde est chauffée à une température comprise entre 30 et 100 °C, de préférence entre 50 et 80°C.

5

17/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange de la poudre de réticulation potentiellement réactive et de la poudre d'hydrocolloïde est traité thermiquement pendant une durée ne dépassant pas 5 heures, de
10 préférence comprise entre 5 minutes et 5 heures, plus préférentiellement entre 10 minutes et 1 heure.

18/ Poudre de réticulation potentiellement réactive destinée à la préparation d'une composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) présentant
15 une bonne dispersabilité en milieu aqueux, sans formation de grumeaux, et dont le temps d'hydratation est contrôlable, comprenant une poudre-support à forte capacité d'absorption choisie parmi les silices, les silicoaluminates, le kaolin, la bentonite, les argiles, la célite, les zéolithes, l'alumine, le carbonate de calcium précipité et un agent de réticulation comprenant un ou plusieurs
20 aldéhydes choisis parmi les monoaldéhydes, les dialdéhydes et les polyaldéhydes de faible poids moléculaire, les dialdéhydes étant préférés, à titre de produit intermédiaire.

19/ Composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) présentant une
25 bonne dispersabilité en milieu aqueux, sans formation de grumeaux, et dont le temps d'hydratation est contrôlable, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un composant hydrocolloïde réticulé, une quantité résiduelle d'agent de réticulation inférieure à 1000 ppm, une poudre-support et éventuellement de l'eau.

20/ Composition selon la revendication 19, caractérisée en ce que le composant hydrocolloïde comprend un ou plusieurs hydrocolloïde(s) choisi(s) parmi les biopolymères, notamment la gomme xanthane, les galactomannanes tels que la gomme de guar, la gomme de caroube, la gomme de tara, les dérivés cellulosiques, l'amidon et ses dérivés, etc.

21/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 et 20, caractérisée en ce que le composant hydrocolloïde est constitué de gomme xanthane.

22/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 et 20, caractérisée en ce que le composant hydrocolloïde est constitué d'un mélange de gommes xanthane et guar.

23/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 22, caractérisée en ce que l'agent de réticulation comprend un ou plusieurs aldéhydes choisis parmi les monoaldéhydes, les dialdéhydes et les polyaldéhydes de faible poids moléculaire, les dialdéhydes étant préférés.

24/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 23, caractérisée en ce que l'agent de réticulation est du glyoxal.

25/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 24, caractérisée en ce que la proportion de poudre-support représente au maximum 20 % en poids de la composition pulvérulente et est comprise de préférence entre 0,5 % et 5 % en poids.

26/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 25, caractérisée en ce que la poudre-support est choisie parmi les silices, les silicoaluminates, le kaolin, la bentonite, les argiles, la célite, les zéolithes, l'alumine, le carbonate de calcium précipité.

5

27/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 26, caractérisée en ce en ce que la poudre-support consiste en une silice ou un silicoaluminate.

10

28/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 27, caractérisée en ce que l'agent de réticulation comprend un ou plusieurs aldéhydes choisis parmi les monoaldéhydes, les dialdéhydes et les polyaldéhydes de faible poids moléculaire, les dialdéhydes étant préférés.

15

29/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 28, caractérisée en ce qu'elle contient entre 5 et 20 % en poids d'eau par rapport à la composition pulvérulente, de préférence entre 8 et 15% en poids.

20

30/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 29, caractérisée en ce qu'elle est stable au stockage pendant au moins 6 mois.

25

31/ Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 30, caractérisée en ce qu'elle présente un temps d'hydratation variant de quelques secondes à 3 minutes, de préférence d'une dizaine de secondes à 2 minutes et demi.

32/ Utilisation d'une poudre de réticulation potentiellement réactive comprenant une poudre-support à forte capacité d'absorption choisie parmi les silices, les silicoaluminates, le kaolin, la bentonite, les argiles, la célite, les zéolithes, l'alumine, le carbonate de calcium précipité et
5 un agent de réticulation comprenant un ou plusieurs aldéhydes choisis parmi les monoaldéhydes, les dialdéhydes et les polyaldéhydes de faible poids moléculaire, pour la préparation d'une composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) présentant une bonne dispersabilité en milieu aqueux, sans formation de grumeaux, et dont le temps d'hydratation est contrôlable.

10

33/ Utilisation d'une composition pulvérulente d'hydrocolloïde(s) selon l'une quelconque des revendications 19 à 31, comme agents épaississants ou viscosants, stabilisants, émulsifiants, gélifiants ou liants, dans les industries cosmétique, alimentaire, agrochimique et
15 pharmaceutique et les domaines des teintures, de la détergence, du papier, des matériaux de construction, des fluides de forage.

34/ Utilisation d'une poudre de réticulation potentiellement réactive selon la revendication 18, pour la préparation d'une composition
20 pulvérulente d'hydrocolloïde(s) selon l'une quelconque des revendications 19 à 31, destinée à être utilisée comme agents épaississants ou viscosants, stabilisants, émulsifiants, gélifiants ou liants, dans les industries cosmétique, alimentaire, agrochimique et pharmaceutique et les domaines des teintures, de la détergence, du papier, des matériaux de construction, des fluides de
25 forage.

