



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 202 795 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
16.06.2004 Bulletin 2004/25

(21) Numéro de dépôt: **00958582.9**

(22) Date de dépôt: **21.07.2000**

(51) Int Cl.7: **B01F 3/08**, B01F 5/04

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2000/002106

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2001/005493 (25.01.2001 Gazette 2001/04)

(54) **PROCEDE DE FABRICATION D'EMULSIONS ET SES DISPOSITIFS**

VERFAHREN UND VORRICHTUNGEN ZUR HERSTELLUNG VON EMULSIONEN

METHOD FOR MAKING EMULSIONS AND IMPLEMENTING DEVICES

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

(30) Priorité: **21.07.1999 FR 9909448**

(43) Date de publication de la demande:
08.05.2002 Bulletin 2002/19

(73) Titulaires:
• **UNIVERSITE DE BOURGOGNE**
F-21000 Dijon (FR)
• **Amore Maille**
21000 Dijon (FR)

(72) Inventeurs:
• **FERRET, Eric**
F-21000 Dijon (FR)
• **MARECHAL, Pierre-André**
F-21000 Dijon (FR)
• **GERVAIS, Patrick**
F-21800 Quetigny (FR)

- **PERRIER-CORNET, Jean-Marie**
F-21160 Perrigny les Dijon (FR)
- **MARIE, Philippe**
F-21000 Dijon (FR)
- **DE LAMARLIERE, Isabelle**
F-21110 Longecourt en Plaine (FR)
- **LUSTRAT, Elisabeth**
F-21121 Fontaine les Dijon (FR)
- **FRANCH, Gilles**
F-21121 Fontaine les Dijon (FR)

(74) Mandataire: **Bruder, Michel**
Cabinet Guieu & Bruder
10, rue Paul Thénard
21000 Dijon (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 399 041 EP-A- 0 616 002
CH-A- 559 574 DE-A- 2 549 086
FR-A- 2 336 515 GB-A- 2 076 672

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 1 202 795 B1

Description

[0001] La présente invention concerne un procédé de fabrication d'émulsions ainsi qu'un émulseur mettant en oeuvre ce procédé. Un tel procédé trouvera de nombreuses applications, notamment dans les domaines de la cosmétologie, de l'industrie alimentaire pour la fabrication de vinaigrette par exemple, de la pharmacie, de la pétrochimie, etc...

[0002] D'une manière générale, la fabrication d'une émulsion consiste dans le mélange de deux fluides, c'est-à-dire de deux liquides, déterminant deux phases, par hypothèses non miscibles, l'une étant appelée phase dispersée et l'autre phase dispersante, et dont l'une forme des gouttelettes microscopiques dans l'autre. Ce mélange ou émulsion, et plus particulièrement la taille des gouttelettes de la phase dispersée dans la phase dispersante, dépend notamment de l'énergie fournie sous forme d'agitation au milieu qui provoque un cisaillement du fluide et permet ainsi la réduction de la taille des gouttelettes de l'émulsion.

[0003] Par ailleurs, il est souvent nécessaire d'ajouter un émulsifiant pour stabiliser l'émulsion dans le temps en évitant la coalescence de la phase dispersée et permettre ainsi le stockage de l'émulsion. En effet, dans une émulsion du type huile dans eau où l'eau correspond à la phase dispersante et l'huile à la phase dispersée, l'huile et l'eau n'étant pas miscibles, les gouttelettes d'huile auront tendance à se regrouper entre elles pour former des gouttelettes plus grosses créant ainsi un phénomène de coalescence.

[0004] On connaît bien, notamment dans le domaine de l'industrie alimentaire, des émulseurs tels que des homogénéisateurs haute pression ou bien encore des "microfluidizers" produisant des émulsions comprenant un émulsifiant, par exemple une émulsion du type huile dans eau.

[0005] Les homogénéisateurs sont classiquement constitués d'une tête d'homogénéisation et d'une pompe haute pression pour mettre sous pression un fluide contenu dans un réservoir. Le fluide sous pression est habituellement une pré émulsion, c'est-à-dire qu'il s'agit d'un mélange partiel de la phase dispersée, de la phase dispersante et de l'émulsifiant ; ce fluide est ensuite envoyé à travers la tête d'homogénéisation principalement constituée d'une base, d'un clapet et de plaques d'impact. Le fluide est brutalement détendu à travers une ouverture appropriée, pour atteindre une vitesse de l'ordre de plusieurs centaines de mètres par seconde, puis entre en contact avec le clapet qui scinde le fluide et le projette sur les plaques d'impact fournissant ainsi l'énergie nécessaire, sous forme d'agitation au milieu, pour la fabrication de l'émulsion. Ces homogénéisateurs, bénéficiant des technologies actuelles, fonctionnent à des pressions pouvant atteindre 200 MPa.

[0006] Ces homogénéisateurs présentent comme principaux inconvénients une usure de la tête d'homogénéisation due aux frottements importants du fluide sur

le clapet et les plaques d'impact ainsi qu'un échauffement de l'émulsion. Par ailleurs, pour ces dispositifs fonctionnant à partir d'une préémulsion, un procédé de préémulsion est nécessaire en amont des homogénéisateurs, augmentant ainsi les coûts de production.

[0007] A cet égard, on a conçu des têtes d'homogénéisation réduisant significativement leur usure ; c'est par exemple le cas du brevet français FR 2748954 concernant un module homogénéisateur-émulsionneur. Ce module est principalement constitué d'un corps cylindrique présentant à chacune de ses extrémités respectivement un bloc d'entrée directe et un bloc de sortie. Le corps cylindrique renferme une succession de cartouches cylindriques creuses et ouvertes sur une de leur face transversale et elles sont reliées entre elles par des ressorts. Ces cartouches contiennent une pluralité de disques vibrants qui peuvent coulisser le long de l'axe creux central du corps cylindrique du module. Lorsqu'un fluide sous pression est introduit par le bloc d'entrée directe dans le corps cylindrique, l'ensemble des disques vibrants se mettent en mouvement créant ainsi un effet de cisaillement du fluide qui permet la réduction de la taille des gouttes de l'émulsion.

[0008] Il existe également des "microfluidizers" classiquement constitués d'une chambre d'interactions et d'une pompe haute pression pour mettre sous pression un fluide contenu dans un réservoir approprié. Le fluide sous pression est habituellement une pré émulsion qui est envoyée dans la chambre d'interaction dans laquelle cette dernière est bombardée par elle-même avec une énergie importante apportée par la mise sous pression du fluide, ce qui permet la fabrication de l'émulsion.

[0009] Un inconvénient de ces dispositifs est l'importante quantité d'émulsifiant nécessaire pour stabiliser une telle émulsion. Cet apport élevé d'émulsifiant se traduit alors par un excès dudit émulsifiant dans la phase dispersante de l'émulsion après sa fabrication, ce qui affecte notamment les qualités organoleptiques de l'émulsion et augmente les coûts de production.

[0010] Le document DE-A-2549026 décrit, par ailleurs, un procédé d'émulsification comprenant l'introduction de la phase dispersée dans un jet de la phase dispersante et le mélange dans une chambre de ce jet avec une partie additionnelle de la phase dispersante.

[0011] Un autre inconvénient de tous ces dispositifs est de procurer une émulsion dont les gouttelettes présentent un diamètre moyen de l'ordre du micromètre, ce qui n'est pas pleinement satisfaisant pour des applications dans les domaines de l'alimentaire et de la cosmétologie, par exemple.

[0012] L'un des buts de l'invention est donc de palier ces inconvénients en proposant un procédé de fabrication d'un mélange ou d'une émulsion, par exemple du type huile dans eau, pour obtenir une plus grande finesse des gouttelettes en utilisant une quantité minimale d'émulsifiant pour stabiliser ladite émulsion dans le temps.

[0013] A cet égard et conformément à l'invention, le

procédé pour la fabrication en continu ou en discontinu d'un mélange ou d'une émulsion à partir d'au moins un émulsifiant et au moins deux fluides réputés non miscibles, par exemple un corps liquide gras mélangé à de l'eau et à un émulsifiant approprié, lesdits fluides définissant une phase dispersée et une phase dispersante, est remarquable en ce que, la phase dispersée étant soit contenue dans un réservoir adapté, soit délivrée en continu, il comporte une première étape de mise sous pression de la phase dispersée par de classiques moyens de pompage haute pression puis, on effectue une dépressurisation brutale de ladite phase dispersée grâce à des moyens permettant de créer un jet aiguille, c'est-à-dire un jet de section étroite, ou jet cohérent dans lequel la phase dispersée peut atteindre une vitesse d'environ 900 m.s⁻¹. Il est alors envisageable d'introduire le jet cohérent de la phase dispersée dans une phase dispersante dans laquelle a été dissout un émulsifiant approprié pour obtenir l'émulsion.

[0014] Un tel procédé ne permet pas d'obtenir une taille moyenne des gouttelettes suffisamment petite, c'est pourquoi, on préfère introduire l'émulsifiant approprié dans ledit jet cohérent grâce à des moyens assurant le mélange de la phase dispersée avec ledit émulsifiant. On obtient alors un jet cohérent résultant qui comprend la phase dispersée et l'émulsifiant. Ce jet cohérent résultant est finalement mis en contact avec la phase dispersante pour obtenir le mélange ou l'émulsion.

[0015] On obtient ainsi une émulsion dont les gouttelettes présentent un diamètre moyen compris entre quelques dizaines et quelques centaines de nanomètres, suivant les fluides utilisés, tout en nécessitant un apport réduit d'émulsifiant contrairement à l'art antérieur où le diamètre des gouttelettes diminuant, c'est-à-dire leur surface totale augmentant, une plus grande quantité d'additif aurait été nécessaire.

[0016] Par ailleurs, la mise en contact du jet cohérent résultant avec la phase dispersante, selon une première variante du procédé, est obtenue en positionnant ledit jet cohérent résultant en immersion dans la phase dispersante en position statique ou quasi statique dans des moyens de soutirage.

[0017] Selon une seconde variante du procédé, la mise en contact du jet cohérent résultant avec la phase dispersante est obtenue grâce à des moyens assurant l'introduction de la phase dispersante dans ledit jet cohérent résultant et simultanément leur émulsion qui constitue alors un jet cohérent final.

[0018] Lors de la dépressurisation brutale de la phase dispersée, cette dernière subit un échauffement pouvant notamment modifier ses caractéristiques hydrodynamiques et organoleptiques, c'est pourquoi la température de la phase dispersée sous pression est régulée selon une gamme de température comprise entre -20°C et +80°C pour que la fabrication de l'émulsion soit plus homogène dans le temps.

[0019] De plus, la phase dispersée est pressurisée à une pression supérieure ou égale à 200 MPa.

[0020] Un autre but de l'invention concerne un dispositif émulseur pour la fabrication en continu ou en discontinu d'un mélange ou d'une émulsion à partir d'au moins un émulsifiant et au moins deux fluides réputés non miscibles, par exemple un produit liquide gras mélangé à de l'eau et un émulsifiant, lesdits fluides définissant une phase dispersée et une phase dispersante, et ledit dispositif comportant une pompe à haute pression dont l'entrée est connectée à une source de fluide telle qu'un réservoir contenant une phase dispersée ; ce dispositif est remarquable en ce que la sortie de la pompe à haute pression est reliée, par des moyens de raccordement, à des moyens de projection de la phase dispersée sous la forme d'un jet cohérent coopérant avec des moyens d'introduction, connectés à un réservoir ouvert et utilisant l'effet Venturi, d'un émulsifiant dans ledit jet cohérent débouchant, en immersion, dans la phase dispersante contenue dans des moyens de soutirage, en continu ou en discontinu, de l'émulsion.

[0021] Selon une variante d'exécution du dispositif comportant une pompe à haute pression dont l'entrée est connectée à une source de fluide telle qu'un réservoir contenant une phase dispersée, la sortie de la pompe à haute pression est reliée, par des moyens de raccordement, à des moyens de projection de la phase dispersée sous la forme d'un jet cohérent, munis à leur sortie d'au moins deux moyens d'introduction qui sont montés en série reliés à un réservoir ouvert respectivement et utilisant l'effet Venturi, respectivement au moins de l'émulsifiant dans ledit jet cohérent et de la phase dispersante dans le jet cohérent résultant, pour procurer l'émulsion qui est avantageusement récupérée en continu à la sortie desdits moyens d'introduction ou en discontinu.

[0022] Selon une caractéristique secondaire des dispositifs selon l'invention, les moyens de raccordement, entre la pompe à haute pression et les moyens de projection, sont munis de moyens de régulation de la température sur tout ou partie de leur longueur.

[0023] D'autres avantages et caractéristiques ressortiront mieux de la description qui va suivre de plusieurs variantes d'exécution, données à titre d'exemples non limitatifs, du procédé et du dispositif émulseur le mettant en oeuvre conformément à l'invention en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 est une représentation schématique du dispositif émulseur selon l'invention,
- la figure 2 est un schéma partiel en légère perspective du dispositif émulseur selon l'invention comportant le réservoir de phase dispersée, la pompe à haute pression, les moyens de raccordement et les moyens de régulation de la température,
- la figure 3 est un schéma partiel de la première variante d'exécution du dispositif émulseur selon l'invention comportant les moyens de projection de la phase dispersée, les moyens d'introduction de l'émulsifiant dans le jet et les moyens de soutirage,

- la figure 4 est un schéma partiel de la seconde variante d'exécution du dispositif émulseur selon l'invention comportant les moyens de projection de la phase dispersée, deux moyens d'introduction respectivement de l'émulsifiant et de la phase dispersante montés en série et les moyens de soutirage,
- la figure 5 est un graphique représentant le pourcentage (%) des gouttelettes en fonction de leur diamètre exprimé en nanomètre (nm) pour un exemple d'émulsion du type huile dans eau, comprenant 10% d'huile de tournesol, 89% d'eau et 1% d'émulsifiant Tween 20 (marque déposée), et obtenue en projetant un jet d'huile de tournesol, pressurisée à 200 MPa, dans de l'eau dans laquelle a été préalablement dissout le Tween 20 (marque déposée),
- la figure 6 est un graphique représentant le pourcentage (%) des gouttelettes en fonction de leur diamètre exprimé en nanomètre (nm) pour une émulsion du type huile dans eau, comprenant 10% d'huile de tournesol, 89.5% d'eau et 0.5% d'émulsifiant Tween 20 (marque déposée) et obtenue selon le procédé.
- la figure 7 est un graphique représentant l'influence du rapport émulsifiant/phase dispersante sur la stabilité d'une émulsion du type eau dans huile.

[0024] Pour des raisons de clarté, on désignera ci-après par émulsion tous les mélanges et émulsions obtenus suivant l'invention et par émulseur tous les dispositifs mélangeur, homogénéisateur, "microfluidizer", émulseur et homogénéisateur-émulseur.

[0025] Le dispositif pour la fabrication en continu ou en discontinu d'une émulsion qui est représenté sur les figures 1 à 4, comprend un réservoir 1 contenant une phase dispersée et dont la sortie est connectée à une pompe à haute pression 2. Une pompe de gavage, non représentée sur les figures, sera avantageusement positionnée entre le réservoir 1 et la pompe à haute pression 2 pour amorcer cette dernière d'une manière classique. La sortie de la pompe à haute pression 2 est reliée, en référence à la figure 1, par des moyens de raccordement 3, à des moyens de projection 4 de la phase dispersante sous la forme d'un jet aiguille ou jet cohérent 5. Par ailleurs, les moyens de raccordement 3, entre la pompe à haute pression 2 et les moyens de projection 4, sont munis de moyens de régulation 6 de la température de la phase dispersée, sous pression dans lesdits moyens de raccordement 3, sur tout ou partie de leur longueur. La sortie des moyens de projection 4 est munie de moyens d'introduction 7 dans le jet cohérent 5 d'un émulsifiant contenu dans un second réservoir 8 relié aux dits moyens d'introduction 7 de telle sorte qu'à leur sortie jaillisse un jet cohérent résultant 9 constitué de la phase dispersée et de l'émulsifiant. Le jet cohérent résultant 9 est alors mis en contact avec la phase dispersante contenue dans des moyens de soutirage 10 en continu ou en discontinu comme on le verra plus loin.

Le jet cohérent résultant 9 est de préférence positionné en immersion dans ladite phase dispersante pour bénéficier de l'énergie optimale, dudit jet cohérent résultant, nécessaire à l'obtention d'une émulsion fine.

[0026] Selon une variante d'exécution du dispositif émulseur selon l'invention, la sortie des moyens d'introduction 7 est munie de seconds moyens d'introduction 11, représentés en traits pointillés sur la figure 1, dans le jet cohérent résultant d'une phase dispersante contenue dans un troisième réservoir 12, également représenté en traits pointillés sur la figure 1, relié auxdits moyens d'introduction 11 de telle sorte qu'à leur sortie jaillisse un jet cohérent final 13 constitué de l'émulsion. Le jet cohérent final 13, c'est-à-dire l'émulsion, est ensuite recueilli en continu ou en discontinu dans les moyens de soutirage 10.

[0027] En référence à la figure 2, le réservoir 1, contenant la phase dispersée, est relié à la pompe à haute pression 2 par un tuyau 14. La pompe à haute pression 2 est avantageusement une pompe aller et retour qui possède une constante de temps très courte et qui ne présente donc pas de temps mort. Elle permet d'obtenir une pression de 400 MPa tout en assurant un gros débit et une pression constante. Les moyens de raccordement 3 entre la pompe à haute pression 2 et les moyens de projection 4, non représentés sur la figure 2, sont constitués par un tuyau blindé 15 apte à véhiculer la phase dispersée pressurisée et ils présentent un circuit de dérivation 16 muni de vannes de contrôle 17 telles que des électrovannes. Le circuit de dérivation 16 comprend des moyens de régulation 6 de la température de la phase dispersée pressurisée, représentés en traits pointillés sur la figure 2. Les moyens de régulation 6 sont, par ailleurs, constitués d'un serpentin à spires 18 entourant le tuyau blindé 15 sur une partie du circuit de dérivation 16 et relié à un échangeur calorifique 19.

[0028] Il va de soi que la longueur du serpentin à spires 18 dépend, notamment, des coefficients calorifiques du fluide calorifique circulant dans ledit serpentin à spires 18 et de la phase dispersée utilisée. De plus, les moyens de raccordement 3 peuvent ne pas comporter de circuit de dérivation 16 et le serpentin à spires 18 sera alors positionné directement autour du tuyau blindé 15.

[0029] Par ailleurs, les moyens de régulation 6 comprennent également une sonde 20, montée de préférence en amont du serpentin à spires 18 sur le circuit de dérivation 16, permettant de contrôler la température de la phase dispersée dans le tuyau blindé 15.

[0030] Selon une première variante du dispositif émulseur selon l'invention représentée sur la figure 3, les moyens de projection 4 sont classiquement montés à l'extrémité du tuyau blindé 15, faisant face au sol et ils sont constitués d'une buse 21 supportée par un porte-buse 22 comportant un trou calibré 23. La buse 21 est classiquement constituée d'un corps 24 comportant à son extrémité inférieure un second trou calibré 25 et d'un pointeau 26 comportant un troisième trou calibré

27 coaxial au premier 23 et au second 25. Le diamètre du trou calibré 26 est avantageusement compris entre 0.08 et 0.15 mm pour une pression délivrée par la pompe à haute pression 2 de 200 MPa afin d'éviter que ledit trou calibré 26 ne s'obstrue.

[0031] Il va de soi que les moyens de projection 4 peuvent être dirigés vers le haut pour procurer un jet droit.

[0032] La buse 21 procure un jet aiguille, c'est-à-dire un jet de section étroite, ou jet cohérent 5 de la phase dispersée qui est brutalement dépressurisée et qui jaillit dans les moyens d'introduction 7. Lesdits moyens d'introduction 7 sont positionnés à l'extrémité inférieure du porte-buse 22 et sont constitués par un tube Venturi 28, d'une longueur d'environ 15 mm pour une pression comprise entre 200 MPa et 300 MPa, formant dans sa partie centrale une chambre de mélange 29 et à son extrémité inférieure un tube de focalisation 30. Le jet cohérent 5 jaillit ainsi dans la chambre de mélange 29 où l'émulsifiant, initialement contenu dans le réservoir 8 et qui est amené, par un conduit flexible 31 muni d'une vanne de contrôle 17 et d'un système de régulation de débit 32, dans la chambre de mélange 29 par effet Venturi, se mélangent pour procurer dans le tube de focalisation 30 un jet cohérent résultant 9.

[0033] Il est à noter que le réservoir 8 est un réservoir ouvert pour que l'émulsifiant soit à la pression atmosphérique et puisse bénéficier de l'effet Venturi pour être amené dans la chambre de mélange 29. Par ailleurs, il serait envisageable d'introduire l'émulsifiant dans le jet cohérent de la phase dispersée au moyen d'un jet incident faisant un angle très petit avec ledit jet cohérent 5.

[0034] Le tube de focalisation 30 est positionné en immersion dans une phase dispersante statique ou quasi-statique contenue dans les moyens de soutirage 10 qui sont constitués d'un récipient cylindrique principal 33, d'un récipient cylindrique médian 34 et d'un cylindre central 35 coaxiaux. Le récipient cylindrique principal 33 présente la plus grande section et comprend deux ouvertures 36,37 dans sa partie supérieure pour l'introduction d'un fluide calorifique et deux autres ouvertures 38,39 dans sa partie inférieure pour la sortie dudit fluide calorifique, comme on le verra plus loin. Les ouvertures 36,37,38 et 39 du récipient cylindrique principal 33 sont avantageusement reliées à l'échangeur calorifique 19 par des moyens de raccordement classiques non représentés sur les figures. Le récipient cylindrique médian 34, positionné à l'intérieur du récipient cylindrique principal 33, comprend un fond renforcé 40 pour éviter sa déformation due à la pression du jet cohérent résultant 9. Le cylindre central 35, ouvert à ses deux extrémités est positionné dans le récipient cylindrique médian 34 de telle sorte que son extrémité inférieure 41 ne soit pas en contact avec le fond renforcé 40. Par ailleurs, le récipient cylindrique médian 34 et le cylindre central 35 comprennent respectivement une ouverture 42 dans sa partie centrale pour le soutirage de l'émulsion et une ouverture 43 dans sa partie supérieure pour l'introduction de la phase dispersante comme on le verra plus

loin.

[0035] Il va de soi que les moyens de soutirage 10 peuvent être constitués d'un unique récipient cylindrique comprenant la phase dispersée et muni ou non d'une ouverture dans sa partie supérieure pour l'introduction de la phase dispersante et d'une autre ouverture dans sa partie inférieure pour le soutirage de l'émulsion soit en continu, soit en discontinu.

[0036] Selon une seconde variante du dispositif émulseur conforme à l'invention, représentée sur la figure 4, les moyens de projection 4, tels que décrits précédemment, procurent un jet cohérent 5 qui jaillit dans un premier tube Venturi 28 tel que décrit précédemment permettant le mélange de l'émulsifiant, préalablement contenu dans le réservoir 8, avec la phase dispersée et procurant un jet cohérent résultant 9 comme on la déjà vu. Ledit jet cohérent résultant 9 jaillit alors dans un second tube Venturi 44 monté en série avec le premier 28 et formant une seconde chambre de mélange 45 dans sa partie centrale et un second tube de focalisation 46 dans sa partie inférieure. Le jet cohérent résultant 9 jaillit ainsi dans la seconde chambre de mélange 45 où la phase dispersante, initialement contenue dans le réservoir 12 puis amenée, par un conduit flexible 31 muni d'une vanne de contrôle 17 et d'un système de régulation de débit 32, dans la seconde chambre de mélange 45 par effet Venturi, se mélange avec ledit jet cohérent résultant 9 pour procurer l'émulsion qui s'écoule dans le second tube de focalisation 46 sous la forme d'un jet cohérent final 13.

[0037] Il va de soi que le dispositif peut comprendre plusieurs tubes Venturi montés en série permettant d'introduire successivement dans le jet cohérent 5 plusieurs émulsifiants et plusieurs phases dispersantes pour fabriquer des émulsions dites ternaires telles que des émulsions du type eau/huile/eau.

[0038] Le jet cohérent final 13, c'est-à-dire l'émulsion, est recueilli dans les moyens de soutirage 10 placés à la verticale sous le second tube de focalisation 46. Les moyens de soutirage 10 sont alors constitués d'un simple récipient cylindrique 47 muni d'une ouverture 48 dans sa partie inférieure pour soutirer en continu l'émulsion comme l'indique la flèche 49.

[0039] Naturellement, l'émulsion pourrait être soutirée en discontinu en utilisant un simple récipient cylindrique.

[0040] On expliquera maintenant le fonctionnement du dispositif émulseur selon l'invention en référence aux figures 2, 3, 5 et 6. Pour réaliser une émulsion du type huile dans eau par exemple, on place dans le réservoir 1 de l'huile de tournesol qui correspondra dans ce cas à la phase dispersée ; puis au moyen d'une pompe de gavage, non représentée sur la figure 2, on amorce la pompe à haute pression 2 qui met alors sous pression l'huile dans le tuyau blindé 15. On actionne, ensuite si nécessaire, les différentes vannes de contrôle 17 pour que l'huile circule dans le circuit de dérivation 16 afin de la réguler en température. L'huile sous pression jaillit de

la buse 21 (figure 3) pour former un jet cohérent 5 à travers le tube venturi 28. L'huile est pressurisée, de préférence, à une pression supérieure ou égale à 200 MPa pour que le jet cohérent 5 ait une énergie suffisante pour former l'émulsion sans que la buse 21 ne s'obstrue. La vitesse de l'huile peut alors atteindre 900 m.s^{-1} pour une pression de 200 MPa et un diamètre de la buse 21 compris entre 0.08 et 0.15 mm.

[0041] Pour des raisons de clarté, on désignera par Tween 20 l'émulsifiant utilisé, le Tween 20 étant une marque déposée pour un émulsifiant. que l'on appellera par la suite "Tween 20".

[0042] Par effet Venturi le "Tween 20" est aspiré par le jet cohérent 5 d'huile avec laquelle il se mélange pour former le jet cohérent résultant 9.

[0043] Il est à noter que le "Tween 20", ne se dissout pas dans la phase dispersée, c'est-à-dire l'huile. D'une manière générale, l'émulsifiant ne se dissout que dans la phase dispersante ; ainsi, le "Tween 20" se mélange d'une manière homogène dans le jet cohérent 5 sans y être dissout.

[0044] Le jet cohérent résultant 9 est alors introduit en immersion dans l'eau, correspondant à la phase dispersante, qui est injectée en continue dans le cylindre central 35 par l'ouverture 43 comme l'indique la flèche 50 de la figure 3.

[0045] Lorsque le jet cohérent résultant 9 qui consiste dans le mélange de l'huile et du "Tween 20" entre en contact avec l'eau, des gouttelettes d'huiles se forment dans l'eau et le "Tween 20" se positionne autour de ces gouttelettes pour éviter que ces dernières se rassemblent et l'on obtient ainsi une émulsion du type huile dans eau. L'émulsion ainsi obtenue poursuit sa descente dans le cylindre central 35 pour remonter ensuite entre les parois du récipient cylindrique médian 34 et ledit cylindre central 35, comme l'indique les flèches 51, et pour être finalement soutirée par l'ouverture 42 comme l'indique la flèche 52. L'émulsion peut être alors régulée en température grâce au passage d'un fluide calorifique entre le récipient cylindrique principal 33 et le récipient cylindrique médian 34. Le fluide calorifique entre par les ouvertures supérieures 36,37, comme l'indique les flèches 53 et sort par les ouvertures inférieures 38,39, comme l'indique les flèches 54 de la figure 3.

[0046] La taille des gouttelettes de l'émulsion, et plus précisément leur diamètre, dépend notamment de l'énergie apportée sous forme d'agitation au milieu comme on l'a déjà vu mais aussi des fluides utilisés. Pour une émulsion du type huile dans eau par exemple, la taille des gouttelettes dépendra notamment du type d'huile utilisé.

[0047] La figure 5 représente le pourcentage des gouttelettes en fonction de leur diamètre, exprimé en nanomètre (nm) pour une émulsion du type huile dans eau, comprenant 10% d'huile de tournesol, 89% d'eau et 1% d'émulsifiant "Tween 20", et obtenue en projetant un jet d'huile de tournesol, pressurisée à 200 MPa, dans de l'eau dans laquelle a été préalablement dissout le

"Tween 20". La forme générale de la courbe ainsi que le pic aux environs de 500 nm indiquent que le diamètre moyen des gouttelettes de l'émulsion est compris entre 500 et 600 nm. Pour une émulsion comprenant 10% d'huile de tournesol, 89.5% d'eau et 0.5% d'émulsifiant "Tween 20" et obtenue selon l'invention, le pourcentage des gouttelettes en fonction de leur diamètre, exprimé en nanomètre, représenté sur la figure 6, présente une courbe différente. On constate, en effet, un premier pic aux environs de 200 nm et un second pic aux environs de 450 nm indiquant une stabilisation plus rapide de la phase dispersée, c'est-à-dire de l'huile, puis un léger phénomène de coalescence. On obtient donc une émulsion dont la taille des gouttelettes est plus petite pour une quantité moindre d'émulsifiant comme le précise la figure 7.

[0048] Le graphique de la figure 7 représente la déstabilisation exprimée en pourcentage, en ordonnée, qui correspond au pourcentage de la quantité de la phase déstabilisée par rapport à sa quantité initiale, en fonction du rapport émulsifiant/phase dispersée, en abscisse, c'est-à-dire le rapport des pourcentages d'émulsifiant et de phase dispersée de l'émulsion. La courbe en traits pointillés correspond à une émulsion obtenue en introduisant un jet d'eau, pressurisée à 200 MPa, dans de l'huile dans laquelle été préalablement mélangé le "Tween 20" et la courbe en trait plein correspond à une émulsion obtenue selon l'invention. On observe, en référence à la figure 7, que la stabilisation, c'est-à-dire une déstabilisation nulle, est obtenue à un rapport d'environ 0.03 pour une émulsion conforme à l'invention et à un rapport d'environ 0.12 pour l'autre émulsion classiquement obtenue. Par conséquent, une plus faible quantité d'émulsifiant est nécessaire pour stabiliser l'émulsion. En effet, on peut raisonnablement estimer que le "Tween 20" n'étant introduit d'une manière homogène dans l'huile que quelques millisecondes avant l'impact avec l'eau, en raison des dimensions du tube Venturi 28 et de la vitesse de l'huile dans le jet cohérent 5, seul l'émulsifiant nécessaire à la stabilisation de l'interface des phases dispersée et dispersante n'est requis et donc n'est apporté.

[0049] Il est évident que les valeurs portées sur les figures 5, 6 et 7 sont purement indicatives et varient en fonction des types d'émulsion. Par ailleurs, suivant les types d'émulsion et leurs applications, un émulsifiant approprié sera utilisé.

[0050] Enfin, il va de soi que le procédé selon l'invention et le dispositif émulseur le mettant en oeuvre permettent de réaliser tous les types d'émulsion, notamment des émulsions du type eau dans huile ou du type ternaire, et les exemples que l'on vient de donner ne sont que des illustrations particulières en aucun cas limitatives quant aux domaines d'application de l'invention.

Revendications

1. Procédé de fabrication en continu ou en discontinu d'un mélange ou d'une émulsion à partir d'au moins un émulsifiant et au moins deux fluides réputés non miscibles, par exemple un corps gras mélangé à de l'eau et un émulsifiant approprié, lesdits fluides définissant une phase dispersée et une phase dispersante, **caractérisé en ce que** la phase dispersée étant soit contenue dans un réservoir adapté soit délivrée en continu, on exécute dans l'ordre au moins les étapes suivantes :
 - la phase dispersée est mise sous pression par de classiques moyens de pompage haute pression puis,
 - la phase dispersée est brutalement dépressurisée grâce à des moyens permettant de créer un jet cohérent (5) puis,
 - un émulsifiant approprié est alors introduit dans ledit jet cohérent (5) grâce à des moyens assurant le mélange de la phase dispersée avec ledit émulsifiant et procurant ainsi un jet cohérent résultant (9) puis,
 - ledit jet cohérent résultant (9) est mis en contact avec la phase dispersante pour obtenir, finalement, l'émulsion.
2. Procédé selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** le ou les fluides formant la phase dispersée est pressurisée à une pression supérieure ou égale à 200 MPa.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes **caractérisé en ce que** la température de la phase dispersée sous pression est régulée selon une gamme de température comprise entre -20°C et +80°C.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes **caractérisé en ce que** la mise en contact du jet cohérent résultant (9) avec la phase dispersante est obtenue en positionnant ledit jet cohérent résultant (9) en immersion dans la phase dispersante en position statique ou quasi statique.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 **caractérisé en ce que** la mise en contact du jet cohérent résultant (9) avec la phase dispersante est obtenue grâce à des moyens assurant l'introduction de la phase dispersante dans ledit jet cohérent résultant (9) et simultanément leur émulsion qui constitue alors un jet cohérent final (13).
6. Dispositif pour la fabrication en continu ou en discontinu d'un mélange ou d'une émulsion à partir d'au moins un émulsifiant et au moins deux fluides réputés non miscibles, par exemple un produit liquide de gras mélangé à de l'eau et un émulsifiant approprié, lesdits fluides définissant une phase dispersée et une phase dispersante, mettant en oeuvre le procédé selon la revendication 4 et comportant une pompe à haute pression (2) dont l'entrée est connectée à une source de fluide telle qu'un réservoir (1) contenant une phase dispersée, **caractérisé en ce que** la sortie de la pompe à haute pression (2) est reliée, par des moyens de raccordement (6), à des moyens de projection (4) de la phase dispersée sous la forme d'un jet cohérent (5) coopérant avec des moyens d'introduction (7), connecté à un réservoir ouvert (8) et utilisant l'effet Venturi, d'un émulsifiant dans ledit jet cohérent (5) pour former un jet cohérent résultant (9) dans un tube de focalisation (30) solidaire des moyens d'introduction (7) et débouchant, en immersion, dans la phase dispersante contenue dans des moyens de soutirage (10), en continu ou en discontinu, de l'émulsion.
7. Dispositif pour la fabrication en continu ou en discontinu d'un mélange ou d'une émulsion à partir d'au moins un additif et au moins deux fluides réputés non miscibles, par exemple un produit liquide gras mélangé à de l'eau et un émulsifiant approprié, lesdits fluides définissant une phase dispersée et une phase dispersante, mettant en oeuvre le procédé selon la revendication 5 et comportant une pompe à haute pression (2) dont l'entrée est connectée à une source de fluide telle qu'un réservoir (1) contenant une phase dispersée, **caractérisé en ce que** la sortie de la pompe à haute pression (2) est reliée, par des moyens de raccordement (3), à des moyens de projection (4) de la phase dispersée sous la forme d'un jet cohérent (5), munis à leur sortie d'au moins deux moyens d'introduction (7, 11) qui sont montés en série, reliés à un réservoir ouvert respectivement (8) et (12) et utilisant l'effet Venturi, respectivement au moins de l'émulsifiant dans ledit et cohérent (5) pour former un et cohérent résultant (9) et de la phase dispersante dans ledit jet cohérent résultant (9) pour former un jet cohérent final (13) et procurer ainsi l'émulsion qui est récupérée en continu ou en discontinu à la sortie des seconds moyens d'introduction (11) par des moyens de soutirage (10).
8. Dispositif émulseur selon l'une quelconque des revendications 6 et 7 **caractérisé en ce que** les moyens de raccordement (3), entre la pompe à haute pression (2) et les moyens de projection (4), sont munis de moyens de régulation de la température (6) sur tout ou partie de leur longueur.
9. Dispositif émulseur selon la revendication 8 **caractérisé en ce que** les moyens de régulation de la température (6) sont constitués d'une sonde de température (20) positionnée sur les moyens de

raccordement (3) et d'un serpentin à spires (18), connecté à un échangeur calorifique (13), qui entoure lesdits moyens de raccordement (3).

10. Dispositif émulseur selon l'une quelconque des revendications 6 à 9 **caractérisé en ce que** les moyens de soutirage (10) sont munis de moyens de régulation de la température (33,36,37,38,39) connecté à l'échangeur calorifique (13).

Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Herstellung einer Mischung oder einer Emulsion aus mindestens einem Emulgator und mindestens zwei als nicht mischbar angesehenen Fluiden, zum Beispiel einem mit Wasser und einem geeigneten Emulgator vermischten Fettkörper, wobei die Fluide eine disperse Phase und eine dispergierende Phase bilden, **dadurch gekennzeichnet, dass**, die disperse Phase entweder in einem angepassten Behälter enthalten seiend oder kontinuierlich angeliefert werdend, mindestens die folgenden Schritte in der Reihenfolge durchgeführt werden:

- die disperse Phase wird durch klassische Hochdruckpumpeinrichtungen unter Druck gesetzt, daraufhin
- wird die disperse Phase plötzlich druckentlastet, und zwar durch Einrichtungen, die es erlauben, einen zusammenhängenden Strahl (5) zu erzeugen, daraufhin
- wird dann ein geeigneter Emulgator in den zusammenhängenden Strahl (5) zugeführt, und zwar durch Einrichtungen, welche die Vermischung der dispersen Phase mit dem Emulgator sicherstellen und so einen resultierenden zusammenhängenden Strahl (9) schaffen, daraufhin
- wird der resultierende zusammenhängende Strahl (9) mit der dispergierenden Phase in Kontakt gebracht, um schließlich die Emulsion zu erhalten.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das oder die Fluide, welche die disperse Phase bilden, auf einen Druck größer oder gleich 200 MPa unter Druck gesetzt werden.

3. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur der dispersen Phase unter Druck gemäß einem zwischen -20°C und +80°C liegenden Temperaturbereich reguliert wird.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das In-Kon-

takt-Bringen des resultierenden zusammenhängenden Strahls (9) mit der dispergierenden Phase erhalten wird, indem man den resultierenden zusammenhängenden Strahl (9) unter Eintauchen in die dispergierende Phase in statischer oder quasistatischer Lage positioniert.

5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** das In-Kontakt-Bringen des resultierenden zusammenhängenden Strahls (9) mit der dispergierenden Phase durch Einrichtungen erhalten wird, welche die Zufuhr der dispergierenden Phase in den resultierenden zusammenhängenden Strahl (9) und gleichzeitig ihre Emulsion sicherstellen, die dann einen endgültigen zusammenhängenden Strahl (13) bildet.

6. Vorrichtung zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Herstellung einer Mischung oder einer Emulsion aus mindestens einem Emulgator und mindestens zwei als nicht mischbar angesehenen Fluiden, zum Beispiel einem mit Wasser und einem geeigneten Emulgator vermischten Flüssigfettprodukt, wobei die Fluide eine disperse Phase und eine dispergierende Phase bilden, unter Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 4 und mit einer Hochdruckpumpe (2), deren Einlass an eine Fluidquelle angeschlossen ist, wie einen Behälter (1), der eine disperse Phase enthält, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Auslass der Hochdruckpumpe (2) durch Verbindungseinrichtungen (6) mit Einrichtungen (4) zum Spritzen der dispersen Phase in Form eines zusammenhängenden Strahls (5) verbunden ist, im Zusammenwirken mit einer an einen offenen Behälter (8) angeschlossenen und den Venturi-Effekt ausnutzenden Einrichtung zum Zuführen (7) eines Emulgators in den zusammenhängenden Strahl (5), um einen resultierenden zusammenhängenden Strahl (9) in einem Bündelungsrohr (30) zu bilden, das fest mit der Zufuhreinrichtung (7) verbunden ist und unter Eintauchen in die dispergierende Phase mündet, die in Einrichtungen (10) zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Entnahme der Emulsion enthalten ist.

7. Vorrichtung zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Herstellung einer Mischung oder einer Emulsion aus mindestens einem Additiv und mindestens zwei als nicht mischbar angesehenen Fluiden, zum Beispiel einem mit Wasser und einem geeigneten Emulgator vermischten Flüssigfettprodukt, wobei die Fluide eine disperse Phase und eine dispergierende Phase bilden, unter Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 5 und mit einer Hochdruckpumpe (2), deren Einlass an eine Fluidquelle angeschlossen ist, wie einen Behälter (1), der eine disperse Phase enthält, **dadurch gekennzeichnet,**

dass der Auslass der Hochdruckpumpe (2) durch Verbindungseinrichtungen (3) mit Einrichtungen (4) zum Spritzen der dispersen Phase in Form eines zusammenhängenden Strahls (5) verbunden ist, die an ihrem Auslass mit mindestens zwei Einrichtungen (7,11) versehen sind, die hintereinander angebracht, an einen offenen Behälter (8) bzw. (12) angeschlossen sind und den Venturi-Effekt ausnutzen, zum Zuführen von mindestens dem Emulgator in den zusammenhängenden Strahl (5), um einen resultierenden zusammenhängenden Strahl (9) zu bilden, bzw. der dispergierenden Phase in den resultierenden zusammenhängenden Strahl (9), um einen endgültigen zusammenhängenden Strahl (13) zu bilden und so die Emulsion zu schaffen, die durch Einrichtungen (10) zur Entnahme kontinuierlich oder diskontinuierlich am Auslass der zweiten Zufuhreinrichtung (11) entnommen wird.

8. Emulgiervorrichtung nach einem der Ansprüche 6 und 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Verbindungseinrichtungen (3) zwischen der Hochdruckpumpe (2) und den Spritzeinrichtungen (4) auf ihrer ganzen oder einem Teil ihrer Länge mit Einrichtungen (6) zur Regulierung der Temperatur versehen sind.

9. Emulgiervorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Einrichtungen (6) zur Regulierung der Temperatur von einem auf den Verbindungseinrichtungen (3) angeordneten Temperaturfühler (20) und einer an einen Wärmetauscher (13) angeschlossenen Spiralschlange (18) gebildet werden, welche die Verbindungseinrichtungen (3) umgibt.

10. Emulgiervorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Einrichtungen (10) zur Entnahme mit an den Wärmetauscher (13) angeschlossenen Einrichtungen (33,36,37,38,39) zum Regulieren der Temperatur versehen sind.

Claims

1. A process for manufacturing continuously or discontinuously a mixture or an emulsion from at least one emulsifying agent and at least two fluids considered to be immiscible, for example a fatty substance mixed with water and an appropriate emulsifying agent, said fluids defining a dispersed phase and a dispersing phase, **characterised in that** since the dispersed phase is either contained in an adapted tank or delivered continuously, at least the following steps are performed in order:

- the dispersed phase is pressurised by conven-

tional high-pressure pumping means then,

- the dispersed phase is abruptly depressurised using means able to create a coherent jet (5) then,
- an appropriate emulsifying agent is then introduced into said coherent jet (5) using means of mixing the dispersed phase with said emulsifying agent and thus obtaining a resulting coherent jet (9) then,
- said resulting coherent jet (9) is brought into contact with the dispersing phase in order to obtain, finally, the emulsion.

2. A process according to claim 1, **characterised in that** the fluid or fluids forming the dispersed phase is pressurised at a pressure above or equal to 200 Mpa.

3. A process according to any one of the previous claims, **characterised in that** the temperature of the pressurised dispersed phase is controlled in accordance with a temperature scale of between -20°C and +80°C.

4. A process according to any one of the previous claims, **characterised in that** the resulting coherent jet (9) is brought into contact with the dispersing phase by positioning said resulting coherent jet (9) in immersion in the dispersing phase in a static or quasi-static position.

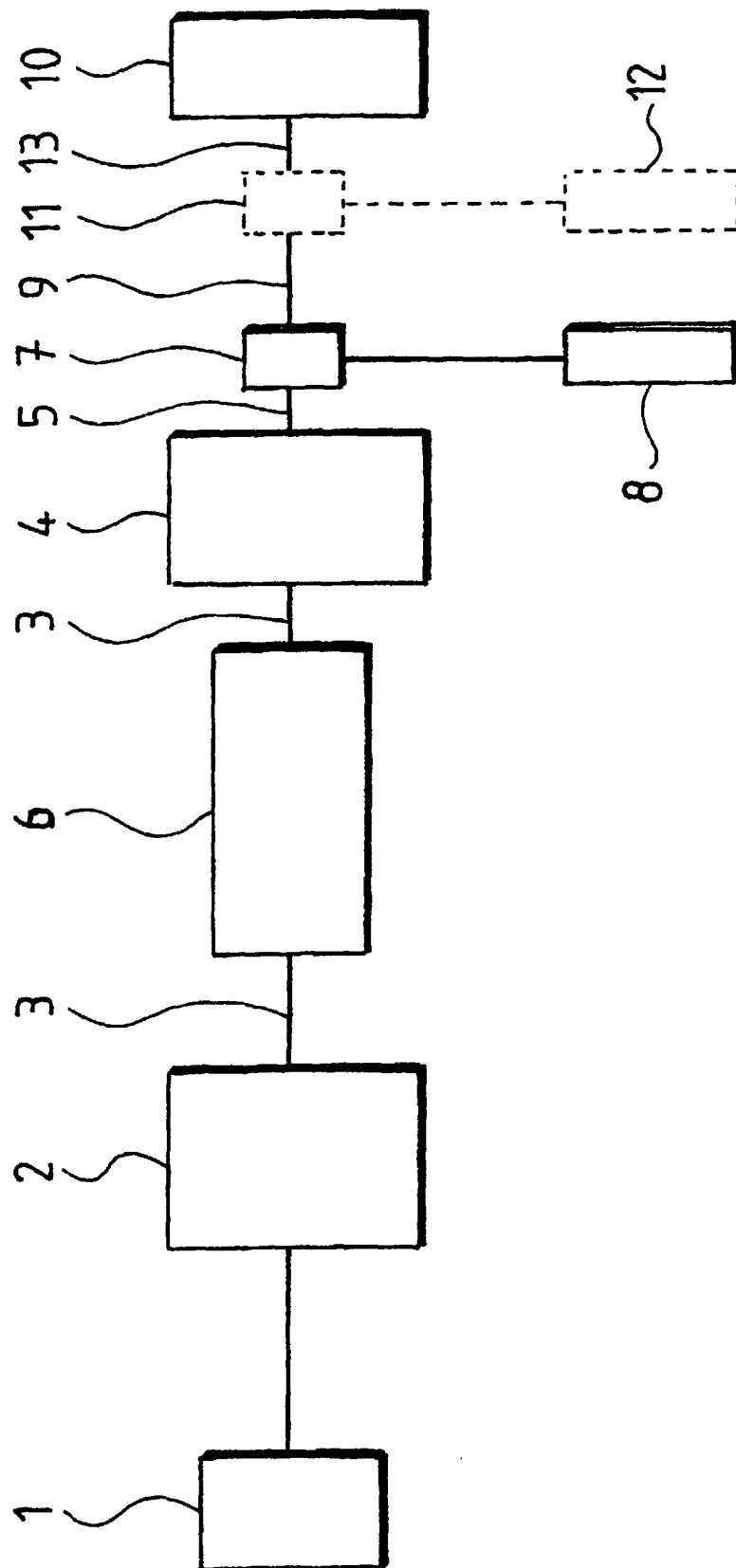
5. A process according to any one of the claims 1 to 4, **characterised in that** the resulting coherent jet (9) is brought into contact with the dispersing phase using means of introducing the dispersing phase into said resulting coherent jet (9) and simultaneously emulsifying them so forming a final coherent jet (13).

6. A device for continuously or discontinuously manufacturing a mixture or an emulsion from at least one emulsifying agent and at least two fluids considered to be immiscible, for example a fatty liquid product mixed with water and an appropriate emulsifying agent, said fluids defining a dispersed phase and a dispersing phase, implementing the process according to claim 4 and comprising a high-pressure pump (2) the inlet of which is connected to a fluid source such as a tank (1) containing a dispersed phase, **characterised in that** the outlet of the high-pressure pump (2) is connected, by connection means (6), to means (4) of discharging the dispersed phase in the form of a coherent jet (5) engaging with means (7), connected to an open tank (8) and using the Venturi effect, of introducing an emulsifying agent into said coherent jet (5) so as to form a resulting coherent jet (9) in a focus tube (30) integral with the introduction means (7) and run-

ning, in immersion, into the dispersing phase contained in continuous or discontinuous emulsion bleed-off means (10).

7. A device for continuously or discontinuously manufacturing a mixture or an emulsion from at least one additive and at least two fluids considered to be immiscible, for example a fatty liquid product mixed with water and an appropriate emulsifying agent, said fluids defining a dispersed phase and a dispersing phase, implementing the process according to claim 5 and comprising a high-pressure pump (2) the inlet of which is connected to a fluid source such as a tank (1) containing a dispersed phase, **characterised in that** the outlet of the high-pressure pump (2) is connected, by connection means (6), to means (4) of discharging the dispersed phase in the form of a coherent jet (5), fitted at their outlet with at least two means (7, 11) which are mounted in series, connected to an open tank (8) and (12) respectively and using the Venturi effect, of introducing respectively at least the emulsifying agent into said coherent jet (5) to form a resulting coherent jet (9) and the dispersing phase into said resulting coherent jet (9) to form a final coherent jet (13) and so to obtain the emulsion which is recovered continuously or discontinuously at the outlet of the second introduction means (11) by bleed-off means (10).
8. An emulsifier device according to any one of the claims 6 and 7, **characterised in that** the connection means (3) between the high-pressure pump (2) and the discharging means (4), are fitted with temperature control means (6) over all or part of their length.
9. An emulsifier device according to claim 8, **characterised in that** the temperature control means (8) are constituted by a heat sensor (20) positioned on the connection means (3) and by a spiral coil (18), connected to a heat exchanger (13), which surrounds said connection means (3).
10. An emulsifier device according to any one of claims 6 to 9 **characterised in that** the bleed-off means (10) are fitted with temperature control means (33, 36, 37, 38, 39) connected to the heat exchanger (13).

fig. 1



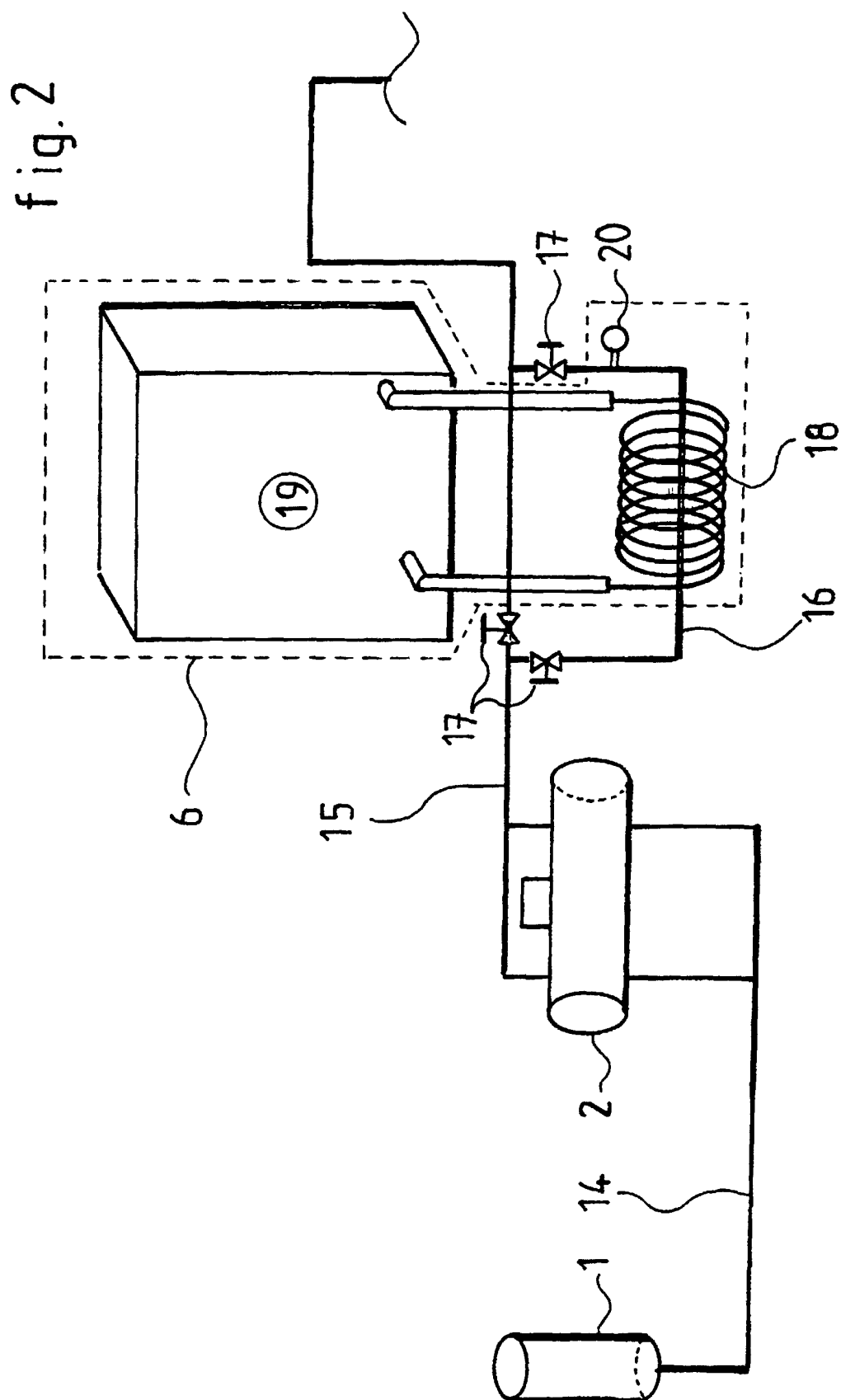


fig.3

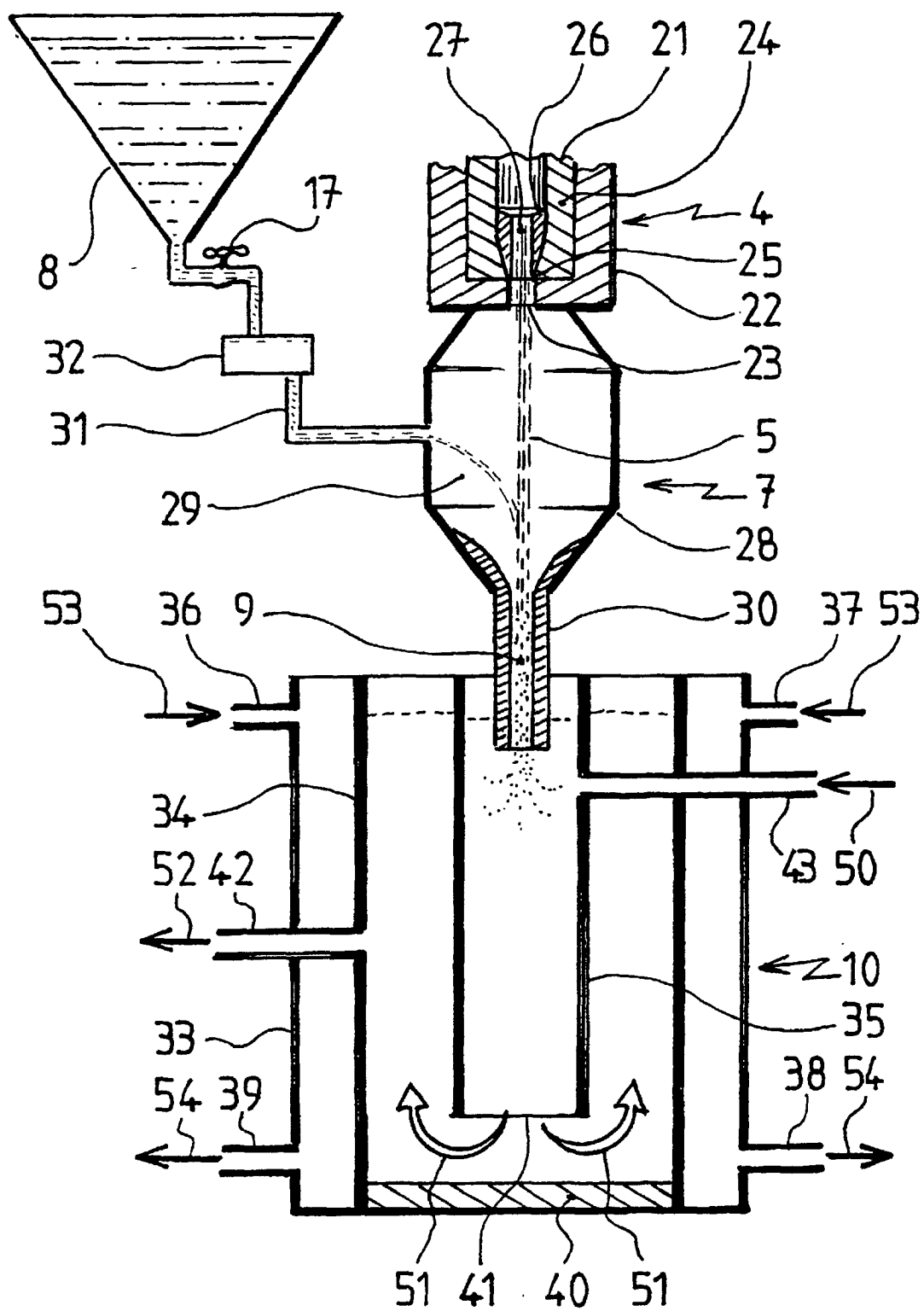


fig. 4

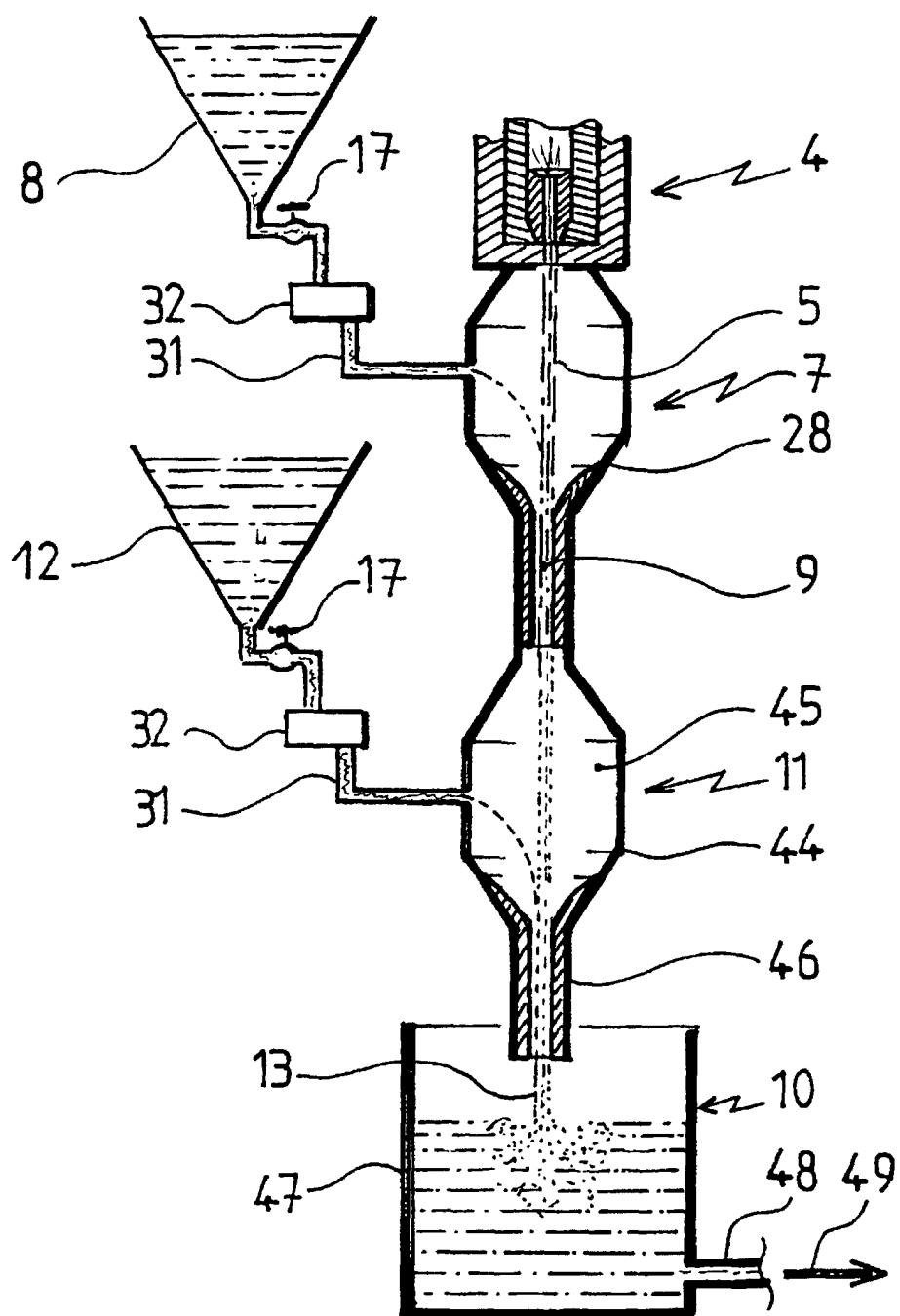


fig. 5

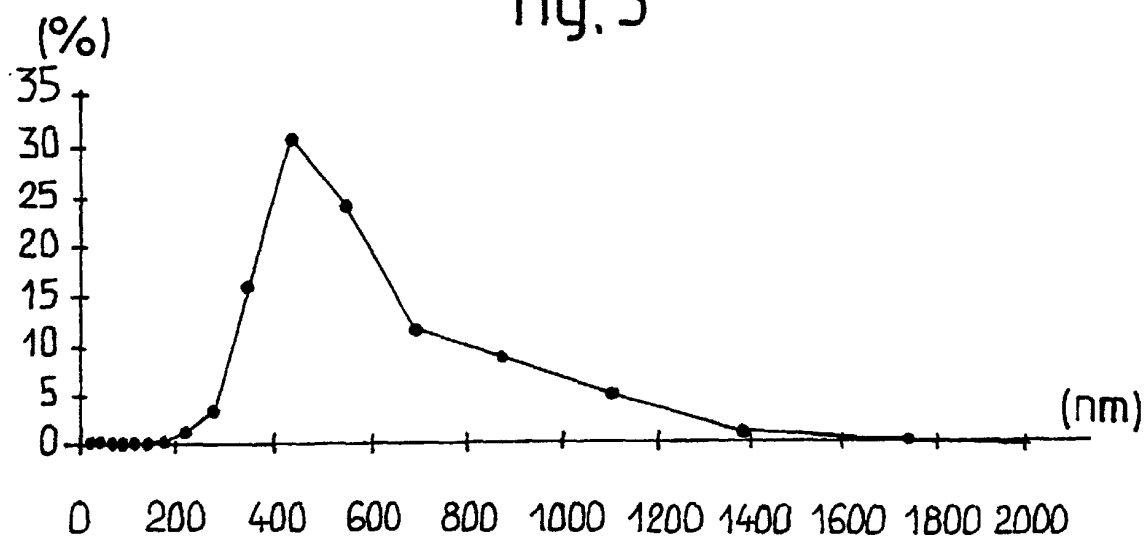


fig. 6

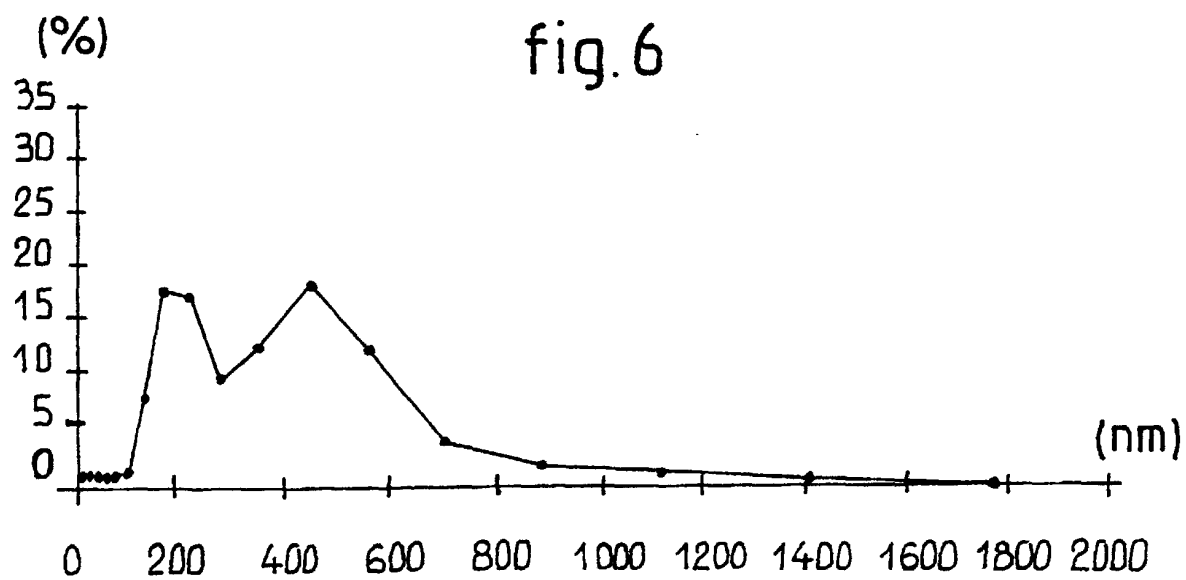


fig.7

