

⑤④ PROCÉDE ET INSTALLATION D'EXTRACTION DE PRODUITS BIOLOGIQUES PAR MICRO-ONDES.

②② Date de dépôt : 18.03.13.

③⑦ Priorité :

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *INNOVATION & DEVELOPMENT
COMPANY - IDCO Société par actions simplifiée —
FR.*

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 19.09.14 Bulletin 14/38.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 02.04.21 Bulletin 21/13.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : VANDENBUSSCHE FREDERIC.

⑦③ Titulaire(s) : *INNOVATION & DEVELOPMENT
COMPANY - IDCO Société par actions simplifiée.*

⑦④ Mandataire(s) : *INNOVATION AND
DEVELOPMENT COMPANY.*



PROCEDE ET INSTALLATION D'EXTRACTION DE PRODUITS BIOLOGIQUES PAR MICRO-ONDES

La présente invention concerne le domaine de l'extraction de produits
5 naturels à partir de matières organiques, par exemple de végétaux.

L'extraction de produits naturels ou constituants biologiques à partir de
matières organiques par exemple des végétaux (plantes aromatiques, plantes
médicinales, etc) peut être réalisée suivant plusieurs procédés bien connus mettant
en œuvre de l'eau, des solvants ou des corps gras selon la nature des matières et
10 des corps à extraire.

Dans le cas de l'eau, l'extraction peut être réalisée par macération, infusion
ou décoction pour lesquelles la matière est en contact direct avec l'eau froide ou
chaude, les extraits migrant dans l'eau. L'extraction peut être aussi réalisée par
hydrodistillation pour laquelle la matière biologique est baignée dans de l'eau qui est
15 portée à ébullition, par vapedistillation ou vapediffusion pour lesquelles c'est
directement de la vapeur qui diffuse à travers la matière organique. Cette vapeur
d'eau entraîne les huiles essentielles qui sont récupérées par condensation puis
isolées par décantation. La mise en œuvre de ces procédés, très employés, est
cependant très longue (plusieurs heures), et nécessite de grandes quantités d'eau
20 pour de faibles quantités d'extraits ; ces procédés sont en outre très énergivores
(vaporisation et condensation) et ne permettent pas de préserver la qualité des
extraits du fait de phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation.

Des améliorations ont été apportées, en effectuant la vaporisation sous vide
pour diminuer la température de vaporisation et préserver la qualité des matières
25 biologiques, ou en effectuant l'extraction en absence d'oxygène (par exemple sous
azote) pour éviter les phénomènes d'oxydation.

Dans le cas d'utilisation d'un solvant, l'extraction est réalisée par vaporisation
de ce solvant qui est condensé. Ces vapeurs peuvent être recyclées pour
augmenter la concentration des extraits (cohobage et soxhlet). Les extraits sont
30 obtenus par séparation, mais des traces de solvant peuvent demeurer. De plus, ces
solvants étant souvent dangereux et nocifs pour la santé et l'environnement, des

réglementations limitent fortement leur utilisation et leur présence dans les produits finaux (par exemple dans l'industrie des cosmétiques,...).

Récemment, des nouvelles techniques d'extraction ont été développées pour apporter des réponses à ces problèmes et améliorer les rendements, par exemple
5 par utilisation de : bio-solvants, micro-ondes, CO₂ supercritique, ultrasons, eau subcritique...

Parmi ces techniques, les micro-ondes sont particulièrement efficaces car elles permettent de chauffer directement les matières organiques à cœur en détruisant les poches de substances à extraire (huiles essentielles, lipides, ...). Les
10 micro-ondes sont, en effet, absorbées préférentiellement par des matériaux possédant des constantes diélectriques élevées, ce qui est le cas de l'eau contenue dans les matières organiques et leurs tissus vasculaires et glandulaires.

Le document EP0398798 propose un procédé d'extraction assisté par micro-ondes qui consiste à diviser la matière biologique et à la mélanger à un solvant
15 transparent aux micro-ondes ou partiellement transparent (tel l'hexane ou l'éthanol) de façon à ce que les micro-ondes chauffent préférentiellement la matière biologique et permettent l'extraction des produits solubles dans le solvant. Le solvant doit alors être séparé de la matière biologique et les extraits isolés du solvant. Si ce procédé permet d'améliorer le rendement d'extraction, il conserve le
20 problème de la présence de solvant.

Le document EP1955749 décrit un procédé d'extraction végétale par hydrodiffusion assistée par micro-ondes selon lequel la plante est baignée dans de l'eau et l'ensemble est soumis à un champ micro-ondes qui permet de vaporiser l'eau.

25 Les documents EP1629725 et FR2975020 décrivent des procédés d'extraction sans solvant, assistée par micro-ondes, procédés suivant lesquels c'est la vaporisation de l'eau contenue dans la plante qui entraîne les extraits (procédé SFME : Solvent Free Microwave Extraction).

Les documents FR2618450 et EP0698076 décrivent des procédés
30 d'extraction assistée par micro-ondes sans solvant dont le rendement d'extraction est optimisé par une extraction sous vide ou par des séquences de pressions

réduites (procédé VMHD : Vacuum Microwave Hydrodistillation). Cette technique permet de travailler avec une température de vaporisation plus faible (60°C à 90°C, suivant le vide obtenu) afin de préserver la qualité du matériau biologique et des extraits.

- 5 Cependant, si ces procédés d'extraction sans solvant, assistée par micro-ondes sont plus efficaces que les procédés traditionnels, ils sont inadaptés pour une utilisation à échelle industrielle. Leur rendement peut être encore amélioré.

En effet :

- 10 - L'étape de vaporisation est réalisée à la température de vaporisation de l'eau, soit 100°C sous 1 atmosphère, et s'effectue sous vapeur saturée. Si cette forme de vapeur est très efficace pour l'échange thermique dans le condenseur, elle ne permet pas d'optimiser le séchage de la matière organique (plante ou autre matière végétale) ;

- 15 - A la fin de la vaporisation, le taux d'humidité diminue et la réponse du produit biologique aux micro-ondes chute fortement, alors que de nombreux extraits pourraient être encore entraînés. Dans les procédés décrits ci-avant, il est impératif de terminer l'opération d'extraction à cet instant, car le produit biologique peut s'emballer localement sous l'effet des micro-ondes et brûler, ce qui peut entraîner des extraits détériorés pouvant polluer les extraits récoltés jusqu'alors et l'ensemble
20 des appareillages.

- 25 - Même si le document EP0698076 décrit un système de brassage par turbine à trois pales tournant dans une enceinte fixe, communiquant avec une source de micro-ondes, ce système est très peu efficace dans un champ micro-ondes pour lequel chaque élément doit être en mouvement relatif pour assurer une homogénéité de chauffe. Ces pâles entraînent l'ensemble du matériau en rotation, sans assurer un brassage efficace dans la masse. Cette technique n'empêche pas l'emballement thermique dû aux micro-ondes, surtout à la fin de la période de vaporisation et elle est inadaptée pour une utilisation industrielle.

- 30 - Suivant les produits traités (matière organique pauvre en eau tels que les fruits à coque), la simple vaporisation et condensation de l'eau issue de la matière

organique peut s'avérer insuffisante pour extraire la totalité ou quasi-totalité des substances visées.

- Les procédés connus d'extraction de produits naturels par micro-ondes ne sont pas adaptés à un usage industriel. En effet les volumes traités sont très limités (quelques grammes à quelques kilogrammes) et si certains procédés permettent d'atteindre des volumes d'une centaine de litres, ils n'assurent pas un traitement homogène et un usage industriel automatisé.

Le système d'ouverture, de remplissage et vidange de l'enceinte d'extraction est en effet d'un usage très difficile. De plus, la fréquence utilisée est de 2450 MHz et la puissance maximale unitaire des magnétrons de cette fréquence disponibles sur le marché est de 6 kW, ce qui limite la puissance maximale d'une unité d'extraction par lot ou « batch », à 12kW. En pratique, seuls deux magnétrons peuvent être associés sur une cavité micro-ondes, en batch, pour des contraintes de couplage des points d'entrée des guides d'ondes. Pour obtenir une puissance supérieure, il faut utiliser la fréquence de 915 MHz, seule autre fréquence disponible en standard, et pour laquelle les fabricants proposent des magnétrons de puissance atteignant 100kW. Il est indispensable d'avoir un brassage très efficace sinon leur utilisation est impossible sans créer de points d'emballements thermiques dans le produit. Or aucun procédé connu, comme indiqué précédemment, ne permet cela.

- La présente invention a notamment pour objectifs de proposer un procédé d'extraction par micro-ondes de matériaux biologiques, ne présentant pas les inconvénients des procédés de l'art antérieur et adaptable à une échelle industrielle.

En particulier, l'un des objectifs est de mettre à la disposition des producteurs d'extraits biologiques, des installations de mise en œuvre de ces procédés permettant une extraction en l'absence de solvant avec un haut rendement, tant au niveau de la rapidité, de la consommation énergétique, que du taux de produits extraits et de la qualité des extraits obtenus, de telle sorte que ce procédé soit utilisable à une échelle industrielle.

- Un autre objectif est de proposer une installation d'extraction par micro-ondes d'extraits naturels à partir de matériaux biologiques, permettant la mise en œuvre de ce procédé.

Le procédé de l'invention comprend les étapes suivantes :

- placer le matériau organique, de préférence préalablement divisé en éléments de longueur inférieure à 100 mm, dans une enceinte étanche aux micro-ondes ;

5 - soumettre ce matériau organique à un champ micro-ondes ;

 - brasser ledit matériau organique introduit dans l'enceinte, pour provoquer un échauffement homogène de ce matériau et du produit biologique contenu dans ledit matériau organique. En effet la permittivité du matériau biologique, notamment des plantes contenant plus de 70% d'eau, est élevée et permet une absorption et un
10 amortissement important des micro-ondes qui entraînent l'échauffement du matériau et de son eau de constitution. L'élévation de la pression partielle engendrée par l'action des micro-ondes entraîne l'éclatement des vésicules cellulaires porteuses des produits à extraire, par exemple d'huiles essentielles, et l'entraînement de ces extraits par l'effet mécanique d' « essorage » dû à la surpression interne. Une partie
15 de cette eau expulsée du matériau biologique est alors vaporisée sous l'action du champ micro-ondes. Un intérêt important est que la vapeur est transparente aux micro-ondes qui agissent de façon ciblée uniquement sur le matériau à traiter pour une efficacité optimisée ;

 - réchauffer la vapeur créée de façon à transformer la vapeur saturée en
20 vapeur surchauffée, ce qui permet d'obtenir une efficacité beaucoup plus importante du séchage du matériau biologique et de la chauffe par micro-ondes, celle-ci ciblant alors l'évaporation de l'eau interne et non la chauffe du milieu entourant chaque particule du matériau biologique. Cette étape, et son association avec les autres étapes, est une caractéristique essentielle du procédé selon l'invention. Dans la
25 suite du présent exposé, ce procédé d'extraction sous pression réduite et vapeur surchauffée assisté par micro-ondes sera dénommé SSVME (Superheated Steam Vacuum Microwave Assisted Extraction). La température de surchauffe varie en fonction de la pression dans l'enceinte. Elle est environ de 10°C à 20°C supérieure à la température de vaporisation, soit :

30 - pour une pression absolue de 50mb, la température de vaporisation est de 32°C, la température de surchauffe est alors d'environ 42°C à 52°C ;

- pour une pression absolue de 150mb, la température de vaporisation est de 55°C, la température de surchauffe est alors d'environ 65°C à 75°C ;

- pour une pression absolue de 300mb, la température de vaporisation est de 68°C, la température de surchauffe est alors d'environ 78°C à 88°C.

5 D'autre part, pour une extraction sous pression atmosphérique, la température visée peut être d'environ 110°C à 120°C, tandis que, pour une extraction à pression réduite de 150mb, la température peut être comprise entre 65°C et 75°C ;

10 - récupérer le plus grand volume possible d'eau extraite de la matière organique par effet mécanique sous l'action des micro-ondes. Ce phénomène provient de la surpression interne engendrée par les micro-ondes au cœur du produit, qui crée un effet d'essorage permettant de chasser mécaniquement une partie de l'eau de constitution avec entraînement des extraits, sans passer par la phase de vaporisation, ce qui permet un gain énergétique et une optimisation de la

15 qualité des extraits ;

- condenser la vapeur créée pour récupérer l'extrait entraîné par celle-ci ;

- effectuer la séparation de l'extrait et de l'eau entraînée par celle-ci ; cette séparation pouvant être opérée par toute méthode connue, par exemple, de manière simple et avantageuse par décantation ;

20 caractérisé en ce que l'on prélève, avant les phases de décantation et de séparation, une partie ou fraction de la vapeur chargée d'extraits de produits biologiques produite par l'action des micro-ondes, on surchauffe cette fraction de vapeur prélevée et on réinjecte la vapeur surchauffée obtenue, dans l'enceinte étanche.

25 Cette injection de vapeur surchauffée permet d'obtenir une efficacité beaucoup plus importante du séchage du matériau biologique et de la chauffe par micro-ondes, celle-ci ciblant alors l'évaporation de l'eau interne et non la chauffe du milieu entourant chaque particule de matériau biologique.

Selon une autre disposition caractéristique, l'extraction du produit biologique dans l'enceinte d'extraction est opérée en l'absence de tout solvant.

Selon un mode de mise en œuvre avantageux, on applique une pression réduite comprise, par exemple entre 150 mb et 300mb asolu et, de préférence, une
5 pression de 150mb absolu, dans l'enceinte à micro-ondes ou de façon à diminuer la température de vaporisation et ainsi préserver la qualité du produit biologique ; de plus, une pression réduite permet d'augmenter l'efficacité de l'extraction par micro-ondes par augmentation du différentiel de pression entre les surfaces interne et externe des cellules, la pression réduite étant préférentiellement maintenue durant
10 tout le cycle d'extraction, mais peut-être aussi établie par phases alternatives de pression et dépression, comme décrit dans le document WO 94/26853.

Selon une variante de ce mode de mise en œuvre du procédé, on met l'enceinte étanche sous vide, ce qui permet également de diminuer la température de vaporisation et de préserver les qualités du produit biologique extrait.

15 Selon une autre disposition caractéristique, une partie de l'eau récupérée après l'étape de condensation et de décantation, est recyclée en la réinjectant dans l'enceinte d'extraction ; ce cohobage, qui consiste à réinjecter l'eau florale après condensation et séparation primaire de l'huile essentielle, est nécessaire pour certains produits biologiques pauvres en eau ou pour obtenir un extrait plus
20 concentré.

Selon une autre disposition caractéristique, on injecte un volume d'eau complémentaire, de façon continue ou séquentielle, lorsque le produit biologique ne contient pas suffisamment d'eau interne, par exemple dans le cas de graines ou de pépins, de façon à maintenir une période suffisante de vaporisation pour extraire
25 l'ensemble des substances visées.

Lorsque le matériau organique est déshydraté ou présente un taux d'humidification très bas, celui-ci est de préférence préalablement réhydraté ; alternativement, l'opération d'apport d'eau peut être opérée préalablement à l'exposition du matériau organique au champ micro-ondes et simultanément à la
30 mise en route du brassage.

Selon un autre mode de mise en œuvre intéressant de l'invention, permettant de travailler en atmosphère contrôlée, on injecte de l'azote dans l'enceinte d'extraction étanche. Cette injection d'azote permet d'éviter les phénomènes d'oxydation des extraits et les risques d'explosion en cas de travail en présence de solvants explosifs.

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre pour tous matériaux organiques, qu'il soit animal ou végétal, et notamment pour l'extraction d'huiles essentielles à partir de plantes, de poissons ou de micro-algues.

Les avantages du procédé selon l'invention sont multiples :

- 10 - d'une part, ce procédé permet un rendement d'extraction bien plus élevé que celui des autres procédés de l'art antérieur, et ce à plusieurs niveaux :
 - 15 - vitesse d'extraction : le temps d'extraction par des procédés d'hydrodistillation conventionnels est de plusieurs heures alors que le temps d'extraction assistée par micro-ondes est ramené à quelques minutes ; ce temps est encore accéléré par l'utilisation d'une pression réduite et surtout par le brassage du produit et l'utilisation de vapeur surchauffée qui divise encore le temps par un facteur 2 ou 3.
 - 20 - taux élevé de produits biologiques extraits par unité massique de matériau organique traité : la vapeur surchauffée permet une expulsion beaucoup plus efficace de l'eau de constitution vaporisée par les micro-ondes sous pression réduite, ce qui augmente le pouvoir d'extraction ; de plus le brassage du produit, permet une exposition homogène et une homogénéité de chauffe donc une homogénéité de l'extraction, qui participe à l'augmentation globale du taux d'extraction.
 - 25 - amélioration du taux de siccité du matériau extrait : la surchauffe de la vapeur augmentant l'efficacité d'extraction et d'évaporation de l'eau de constitution, la siccité finale du produit est très nettement améliorée. De 10% à 15%, la siccité d'extraction selon le procédé SSVME permet d'atteindre des taux de 5% jusqu'à moins de 1% suivant le produit. On
 - 30 récupère le plus grand volume possible d'eau extraite du produit

biologique par effet mécanique sous l'action des micro-ondes. Ce phénomène provient de la surpression interne engendrée par les micro-ondes au cœur du produit, qui crée un effet d'essorage permettant de chasser mécaniquement une partie de l'eau de constitution avec entraînement des extraits, sans passer par la phase de vaporisation, ce qui permet un gain énergétique et une optimisation de la qualité des extraits.

— qualité des extraits : le phénomène d'extraction mécanique d'une fraction de l'eau de constitution et son évacuation sans vaporisation permettent une qualité optimale des extraits obtenus. De plus l'extraction sous pression réduite de la fraction restante d'eau permet une baisse de la température de vaporisation. Si la surchauffe participe à rehausser légèrement la température des vapeurs, celle-ci reste néanmoins inférieure à une extraction sous pression atmosphérique, ce qui participe à améliorer la qualité des extraits.

— bilan énergétique : le procédé SSVME permet, d'une part, d'extraire une fraction d'eau de constitution par effet mécanique sans passer par la phase de vaporisation et, d'autre part, pour la fraction restante, de concentrer l'action des micro-ondes sur son objectif principal : la chauffe interne du produit biologique engendrant la vaporisation de l'eau de constitution et l'entraînement des extraits par phénomène de surpression interne. L'énergie nécessaire à la compensation des échanges thermiques entre le produit et le milieu ambiant de l'enceinte est alors judicieusement apportée par la surchauffe de la vapeur, issue d'un moyen classique de chauffe secondaire, par exemple à résistance électrique. Le procédé SSVME permet d'obtenir un gain énergétique de 30 à 60%,

- possibilité d'application à échelle industrielle grâce à l'efficacité du brassage permettant l'emploi de générateurs de grande puissance (25 à 100kW) à la fréquence de 915MHz disponible sur le marché,

- possibilité d'ajout d'eau, en discontinu ou en continu, avec un débit maîtrisé permettant d'améliorer le taux d'extraction pour des produits contenant peu d'eau de constitution et ne permettant pas une hydratation préalable.

L'invention concerne également une installation pour l'extraction de produits
5 biologiques à partir de matières organiques, permettant la mise en œuvre du procédé ci-dessus, cette installation comprenant :

- une enceinte étanche au rayonnement micro-ondes et communiquant avec un générateur de micro-ondes et une cuve ou bol tournant, logé(e) dans ladite enceinte étanche et assujetti à un moteur assurant son entraînement en rotation, ladite
10 enceinte et ledit bol tournant étant montés de sorte que leur axe est incliné par rapport à la verticale, ladite enceinte comprenant une ouverture d'entrée fermée de manière étanche par un couvercle pour l'introduction des matières organiques à distiller, et une ouverture de sortie des vapeurs communiquant avec un dispositif de séparation des extraits biologiques (huiles essentielles) et de la phase aqueuse, via
15 un système de condensation, cette installation étant notamment remarquable en ce qu'elle comporte des moyens permettant de prélever une fraction de la vapeur chargée de molécules du produit biologique, de surchauffer cette fraction prélevée pour obtenir une vapeur surchauffée, et de réinjecter cette vapeur surchauffée dans l'enceinte étanche.

20 Selon une autre disposition caractéristique, l'installation comprend des moyens permettant d'appliquer une pression réduite dans l'enceinte micro-ondes durant la phase d'extraction, ou des moyens permettant de faire le vide dans ladite enceinte étanche.

25 Selon une autre disposition caractéristique, l'installation comprend des moyens permettant de récupérer au moins une partie du volume d'eau produite par la condensation et par la séparation de constituants de la vapeur produite par l'action des micro-ondes et de réinjecter cette eau récupérée dans l'enceinte étanche.

30 Selon un mode de réalisation avantageux, l'installation comprend des moyens de régulation de la température de l'enceinte étanche.

Selon une autre disposition caractéristique, l'installation comprend des moyens permettant de régler l'angle d'inclinaison de l'enceinte étanche.

Suivant une autre disposition caractéristique, le bol tournant est muni intérieurement de pales de brassage.

- 5 Selon un autre mode de réalisation, l'installation comprend des moyens de réglage de la vitesse de rotation dudit bol tournant.

- 10 Selon une autre disposition caractéristique, l'enceinte étanche est constituée d'une double peau métallique entre lesquelles est ménagé un espace, cet espace étant raccordé à une source de fluide de chauffage et/ou à une source de fluide de refroidissement.

- 15 Suivant un autre mode de réalisation, des orifices d'évacuation sont ménagés dans le fond du bol tournant, pour l'évacuation de l'eau extraite de la matière organique traitée avant qu'elle ne soit vaporisée, cette eau étant évacuée de l'enceinte fixe par un orifice étanche aux micro-ondes, disposé au point le plus bas de ladite enceinte.

Selon un autre mode de réalisation, l'installation comprend des moyens de lecture de la température du produit biologique extrait.

- 20 Selon une autre disposition caractéristique, l'enceinte étanche est munie d'une ouverture, préférentiellement prévue dans son couvercle et reliée à une source d'alimentation en eau.

L'installation selon l'invention peut encore comporter les dispositions caractéristiques ci-après :

- 25 - une collerette est disposée sous la paroi supérieure de l'enceinte, par exemple sur la face interne du couvercle de ladite enceinte, de façon à guider les vapeurs vers l'orifice de sortie communiquant avec le dispositif de séparation des produits biologiques et de la phase aqueuse,
- des moyens d'injection d'eau complémentaires dans ladite enceinte fixe.

Le système de bol tournant à l'intérieur d'une enceinte fixe recevant un champ micro-ondes peut avantageusement reprendre la technologie décrite dans le brevet FR1154785 du même déposant.

L'invention est décrite, selon un exemple de réalisation, par référence aux
5 figures des dessins annexés dans lesquelles :

- la figure 1 est une vue schématique de cet exemple de réalisation de l'installation selon l'invention,

- la figure 2 est une autre vue schématique de cette installation dont l'enceinte d'extraction est représentée en coupe.

10 - la figure 3 est une vue de détail à échelle agrandie de la figure 2.

- la figure 4 est une vue illustrant l'installation en mode « recyclage ».

- la figure 5 traduit l'évolution de la température du produit biologique, de la pression, de la siccité et du débit vapeur en fonction du temps dans le cas d'une mise en œuvre du procédé suivant l'installation schématisée par les figures 1 et 2.

15 On se reporte auxdits dessins pour décrire des exemples intéressants bien que nullement limitatifs de mise en œuvre du procédé et de réalisation de l'installation d'extraction de produits biologiques tels que les huiles essentielles à partir de matières organiques, selon l'invention, ou des extraits d'origine animale (par exemple poissons).

20 On précise que dans la présente description et dans les revendications, l'expression « matière organique » désigne la matière première contenant le produit biologique que l'on doit extraire, et plus précisément des végétaux ou parties de végétaux, frais ou secs, tandis que l'expression « produit biologique » désigne le composant extrait par distillation ou par hydrodistillation de la matière organique
25 traitée ; il s'agit le plus souvent d'huiles essentielles, étant observé qu'il est admis, par les spécialistes des industries pharmaceutiques et cosmétiques, que ces extraits ne sont pas forcément huileux.

Selon la figure 1, est représentée une installation d'extraction de produits biologiques par micro-ondes comprenant un extracteur comportant principalement

une enceinte fixe 1 et un bol tournant 12 logé dans ladite enceinte. Cette enceinte est étanche aux micro-ondes. Elle est, par exemple, réalisée en acier inoxydable et disposée sur un support ou bâti 2. L'enceinte 1 et le bol tournant 12 logé coaxialement dans cette dernière sont positionnés de sorte que leur axe A se trouve
5 incliné par rapport à la verticale. L'enceinte 1 est assujétie à des moyens permettant un réglage de l'angle α d'inclinaison de l'axe A de ladite enceinte fixe 1. Ce réglage permet d'optimiser le brassage du produit à traiter, en fonction de sa nature et de son degré de siccité.

Suivant le mode de réalisation illustré, l'enceinte étanche d'extraction 1 est
10 supportée par un bâti 2 monté avec une aptitude de basculement autour d'un axe horizontal. Elle est, par exemple, rigidement fixée à la partie supérieure de deux montants basculants 2b de ce bâti 2.

Le réglage de l'angle α de l'inclinaison de l'axe A de l'enceinte 1, par basculement des montants 2b du bâti porteur 2, peut être réalisé par tout moyen
15 (non représenté) à la portée de l'homme de l'art, tels que, par exemple, un motoréducteur dont le fonctionnement peut être géré par un système électronique. On comprend que les moyens de réglage de l'inclinaison de l'enceinte 1 permettent aussi de régler l'angle d'inclinaison de l'axe A du bol tournant 12 logé dans ladite enceinte.

20 Selon un autre mode de réalisation, l'enceinte étanche pourrait être supportée, avec une aptitude de basculement, par la partie supérieure des deux montants d'un bâti fixe 2. Un motoréducteur (non représenté) permet de faire pivoter ladite enceinte autour d'un arbre d'entraînement 2a.

L'enceinte fixe 1 est fermée à sa partie supérieure par un couvercle 1b,
25 permettant le remplissage du bol tournant et la vidange des résidus, après la phase de vaporisation. Ce couvercle comporte les différents piquages et liaisons permettant de mettre en communication l'enceinte 1 avec d'autres parties de l'installation. Le couvercle 1b peut constituer tout ou partie de la paroi supérieure de l'enceinte.

30 La liaison de l'enceinte étanche 1 avec le ou les générateurs de micro-ondes 9, préférentiellement de fréquence 2450 MHz pour des puissances de 1kW à 6kW et

915 MHz pour des puissances de 20kW à 100kW, est effectuée à l'aide d'un ou plusieurs guides d'ondes 8 de façon préférentiellement démontable(s) par l'intermédiaire d'une bride 1e munie d'une fenêtre étanche qui permet notamment de laisser passer le champ micro-ondes tout en isolant l'enceinte, de mettre en
5 pression réduite ladite enceinte fixe et d'éviter que la vapeur ne s'échappe dans le ou les guide(s) d'ondes 8.

Cette fenêtre est réalisée en matériau transparent aux micro-ondes, de préférence en verre, ou en quartz, ou en Téflon ®.

Des systèmes de fermeture 1c connus en soi permettent d'assurer un
10 verrouillage du couvercle 1b qui possède les moyens nécessaires d'étanchéité aux micro-ondes connus de l'homme de l'art, ces moyens comprenant, par exemple une tresse hyperfréquences disposée en périphérie dudit couvercle 1b. Un piquage 1d permet de recevoir un lecteur de température 1f, par exemple un pyromètre infrarouge, qui permet de lire directement la température du produit biologique
15 pendant l'opération d'extraction, tout en permettant l'étanchéité et la tenue en pression réduite de l'enceinte fixe 1.

L'enceinte étanche est munie d'une ouverture de sortie de vapeur, communiquant, par l'intermédiaire d'un conduit de sortie vapeur, avec un dispositif de séparation 6 du produit biologique extrait et de la phase aqueuse, via un système
20 de condensation 4.

Selon l'exemple illustré, la sortie de vapeur 3, est reliée à un condenseur 4, préférentiellement refroidi par un circuit d'eau froide, dont les condensats sont récupérés dans un dispositif séparateur 6 communiquant avec ledit condenseur 4. Le séparateur est constitué par un réceptacle 6 muni d'un indicateur de niveau 6a.
25 Ce réceptacle est relié à une pompe à vide 5 reliée à une sortie 5a prévue en partie haute dudit réceptacle.

Dans le cas d'une extraction à pression atmosphérique, la pompe à vide 5 n'est pas mise en fonction et le réceptacle 6 est directement mis en communication avec l'atmosphère par la sortie 5a. A sa partie inférieure, le réceptacle 6 dispose
30 d'une sortie 7 munie d'une vanne étanche pouvant être de type électrovanne. Une fois l'extraction terminée, cette vanne sert à récupérer les extraits obtenus.

Le réceptacle 6 est aussi muni, dans sa partie basse, d'un piquage relié par un conduit de cohobage 10 au conduit 3 de sortie de vapeur. Le niveau de jonction au conduit 3 est déterminé de telle sorte qu'il se situe sous le niveau haut du réceptacle 6, ceci afin de recycler les eaux pour des extraits surnageant après
5 décantation dans le réceptacle 6, tels que des huiles essentielles. Ce système permet de recycler l'eau par réinjection sur le produit durant l'opération d'extraction, et donc de concentrer les extraits obtenus. Une vanne 10a, par exemple de type électrovanne, est montée sur le conduit 10 (figures 1 et 2).

Selon une importante disposition caractéristique de l'invention, l'installation
10 comprend des moyens de surchauffe permettant de prélever de la vapeur sur le conduit de sortie vapeur et de réinjecter la vapeur ainsi prélevée dans l'enceinte étanche 1.

Suivant l'exemple illustré, les moyens de surchauffe comprennent un piquage 26a placé sur le conduit de sortie vapeur 3. Ce piquage pourrait également
15 se situer directement sur le couvercle 1b. Le conduit de sortie vapeur 3 est relié, via le piquage 26a, à un surchauffeur 26, pouvant être, de manière connue en soi, par exemple, de type électrique à résistance chauffante avec un ventilateur intégré de façon à créer une circulation d'air et de vapeur dans l'enceinte fixe 1 et à optimiser les effets de la surchauffe. De façon préférée, la sortie du surchauffeur 26c est
20 placée sur le couvercle 1b de telle sorte que le flux d'air concerne le plus grand volume de produit. Pour un vide partiel de 150 mb, la température de surchauffe pourra être de 80°C, soit 20°C au-dessus de la température de la vapeur saturée à cette pression. Le conduit 26a menant au surchauffeur 26 peut être obturé par une vanne 26b, pouvant être de type électrovanne.

25 Selon une variante du procédé (figure 2), un conduit 16 est raccordé à une entrée supplémentaire prévue dans le couvercle 1b. Ce conduit 16 peut être obturé par une vanne 16a, par exemple de type électrovanne, et il est relié à une alimentation en eau. Ce dispositif permet d'effectuer une injection d'eau complémentaire dans le cas de matières organiques, pauvres en eau de
30 constitution. Un système de régulation de l'électrovanne 16a, permet de réaliser une injection continue ou séquentielle d'eau.

La figure 2 montre, par une coupe schématique, avec plus de détails, la cavité d'extraction micro-ondes et sa situation dans l'ensemble de l'unité d'extraction. Comme indiqué précédemment, cette cavité est principalement constituée d'une enceinte étanche fixe 1 munie d'un bol tournant 12 ouvert à sa
5 partie supérieure et dans lequel est disposée la matière organique 13, à traiter.

L'enceinte fixe 1 est étanche au champ micro-ondes et elle est, par exemple, réalisée en acier inoxydable. Cette enceinte fixe 1 est constituée, selon un mode de réalisation avantageux, d'une double paroi, c'est-à-dire de deux parois métalliques espacées 1a', 1a" délimitant un espace 11 dans lequel un fluide de réchauffage
10 et/ou de refroidissement, selon les utilisations, peut être mis en circulation par tous moyens appropriés, par exemple à l'aide d'une pompe (non représentée). En variante, l'espace 11 peut renfermer un moyen de surchauffage, par exemple constitué par une résistance électrique.

Selon un mode de mise en œuvre avantageux, l'utilisation de cet espace 11
15 pour créer un circuit de refroidissement, permet d'utiliser l'enceinte 1 pour remplir la fonction de condenseur. Dans ce cas, le conduit de sortie de vapeur 3 est directement et uniquement relié au surchauffeur 26 et le condenseur 4 disposé sur le conduit de sortie vapeur 3 peut être supprimé. L'ensemble réceptacle ou séparateur 6 muni de sa pompe à vide 5 est alors relié au fond de l'enceinte 1, en
20 sortie d'un piquage 18 muni d'une vanne 19, disposé au point le plus bas de ladite enceinte.

Dans le cas de l'utilisation classique du condenseur 4, par exemple telle que représentée aux figures 1 et 2, le circuit de régulation thermique de l'enceinte fixe 1 est utilisé en circuit de réchauffage pour, à l'inverse, éviter toute condensation sur
25 les parois métalliques de l'enceinte et évacuer la totalité de la vapeur par le conduit 3 vers le condenseur 4. Dans ce cas, une collerette ou goulotte 23 est disposée en partie haute de l'enceinte étanche 1, sur la face interne du couvercle 1b, de telle sorte que les vapeurs émises lors de l'extraction soient guidées préférentiellement par le conduit d'évacuation 3 vers le dispositif de séparation, via le condenseur 4.
30 Cette collerette 23 peut être réalisée dans un matériau conducteur, par exemple de l'acier inoxydable, ou dans un matériau transparent au micro-ondes, par exemple du Téflon ® ou du silicone.

Le bol tournant 12 peut être avantageusement muni, intérieurement et latéralement, de pales de brassage 14. Le nombre de celles-ci peut être compris, préférentiellement, entre 1 et 5, leur disposition et leur géométrie dépendent de la dimension du bol et de la matière organique traitée (type, granulométrie, géométrie, capacité d'enchevêtrement, présence de liquide...). La qualité du brassage du produit biologique 13 dépend également de la vitesse de rotation du bol tournant 12 et de son angle d'inclinaison α donné par l'inclinaison de l'enceinte fixe 1. L'entraînement en rotation du bol 11 est assuré par un moteur à vitesse variable 17, par exemple tournant entre 1 et 100 tours minute.

10 Selon un mode de réalisation, le bol tournant est relié à un arbre 25 passant au travers du fond de l'enceinte 1 et fixé au fond dudit bol tournant. L'étanchéité aux micro-ondes entre l'arbre d'entraînement et le fond de l'enceinte 1 est assurée par des moyens 21, connus en soi, par exemple constitués par une tresse hyperfréquence.

15 Le bol tournant 12 peut être monté de manière amovible et interchangeable, de façon à faciliter le nettoyage de la cavité d'extraction et la gestion des phases de remplissage et vidange. Un système de fixation rapide 20 peut être actionné à distance par commande électrique, ou par air comprimé ou autre procédé.

Des orifices d'évacuations 24 sont ménagés en partie basse et à la périphérie du bol tournant 12, de façon à évacuer prioritairement l'eau extraite par effet mécanique de la matière organique traitée par l'action des micro-ondes engendrant une surpression interne au cœur de ladite matière. Cet effet d'essorage permet de chasser mécaniquement une partie de l'eau de constitution avec entraînement des extraits, sans passer par la phase de vaporisation, ce qui permet un gain énergétique et une optimisation de la qualité des extraits. Ces orifices d'évacuation 24 peuvent être constitués par des tubes traversant ou par des perforations périphériques ménagées dans le fond du bol. L'eau est alors récupérée dans l'enceinte 1 et évacuée par le conduit 18.

L'inclinaison de l'enceinte 1 est déterminée en fonction de la matière traitée.

30 Le réglage de l'angle α de cette inclinaison nécessite une adaptation spécifique de tous les piquages du couvercle 1b pour correspondre à cet angle.

Selon un mode avantageux de réalisation, ces liaisons (vapeur, eau et micro-ondes) peuvent être réalisées à l'aide de connexions souples de façon à permettre des réglages d'inclinaisons différents.

5 Selon un mode de réalisation, un générateur de vapeur 15 peut être positionné en bout de l'arbre support 25 du bol tournant 12, de sorte à permettre l'injection de la vapeur surchauffée à travers le fond perforé dudit bol tournant. Dans ce cas, l'arbre 25 est creux, le bol tournant 12 est muni d'un double fond perforé 22, les perforations de ce double fond présentent, par exemple, un diamètre de 2 mm. L'arbre creux 25 est raccordé au fond du bol tournant 12 et laisse passer la vapeur
10 jusqu'au fond perforé 22 de ce dernier, de façon à ce que cette vapeur traverse le produit biologique lors de son brassage et de son exposition aux micro-ondes.

Selon ce mode d'exécution, une vapeur surchauffée peut être injectée par le dessous des matières organiques à distiller, via l'arbre creux 25 et le fond perforé 22 du bol tournant 12.

15 Selon une variante de ce mode de réalisation (non représentée), la sortie 26c du dispositif de surchauffe 26 n'est plus connectée au couvercle 1b, mais est reliée en lieu et place du générateur de vapeur 15 pour permettre l'injection de l'eau de surchauffe dans la matière organique 13 à traiter, de façon à la traverser, lors de son brassage, et d'améliorer le pouvoir d'extraction.

20 Selon un autre mode de mise en œuvre du procédé de l'invention, permettant de travailler sous atmosphère contrôlée, on injecte de l'azote dans l'enceinte d'extraction 1, avant l'exposition de la matière organique au rayonnement micro-ondes. Dans ce cas, l'installation comprend des moyens de raccordement (non représentés) à une source d'azote et des moyens permettant l'injection d'azote
25 dans l'étanche étanche 1, de tels moyens étant à la portée de l'homme de l'art.

L'installation selon l'invention peut être avantageusement utilisée pour l'extraction d'huiles essentielles de produits végétaux, de nature et forme variée (feuilles, fleurs, tiges, bourgeons, fruits, graines, racines, écorces, etc).

Les volumes traités peuvent être compris entre 1 litre et 1000 litres par lot
30 (couramment désigné par le mot anglais « batch » dans le langage industriel)

suivant la matière traitée. La puissance peut être comprise entre 1kW et 200kW pour une enceinte d'extraction. Dans le cas de 200kW, deux entrées reliées à deux magnétrons de 100kW chacun et de fréquence 915Mhz sont disposées sur le couvercle. Cette mise en place nécessite un bon couplage des deux entrées.

- 5 La figure 4 montre l'installation selon l'invention en mode « recyclage » dans laquelle la vapeur est prélevée à la sortie de l'enceinte étanche 1 et réinjectée dans ladite enceinte via le conduit.

- 10 La figure 5 montre l'évolution de la température, de la pression, du débit vapeur et de la siccité lors de l'opération d'extraction SSVME. Une fois la cavité d'extraction remplie de matière organique et le brassage mis en route, le champ micro-ondes est déclenché puis la pression de l'enceinte est diminuée jusqu'à, par exemple, 150mb. La surchauffe est alors mise en route. Très rapidement naissent les premières vapeurs issues de l'eau de constitution de la matière organique traitée, puis lorsque la température moyenne de la matière est proche de la
- 15 température de vaporisation de l'eau, soit 55°C pour 150mb, le débit vapeur augmente rapidement jusqu'à sa valeur maximale. Cette vitesse de montée dépend de la puissance micro-ondes émise, de l'humidité et du type de matière organique traitée, et de la qualité du brassage. La siccité de la matière traitée diminue de façon inversement proportionnelle au débit vapeur.

REVENDICATIONS

1. Procédé d'extraction par micro-ondes de produits biologiques, à partir de matières organiques, caractérisé par les étapes ci-après :
 - 5 - on place le matériau organique à traiter (13) dans une enceinte (1) étanche aux micro-ondes ;
 - on soumet ce matériau organique à un champ micro-ondes de sorte à assurer un échauffement des éléments constituant le matériau organique traité ;
 - 10 - on brasse ledit matériau organique introduit dans l'enceinte durant son exposition aux micro-ondes, pour provoquer un échauffement homogène de ce matériau et du produit biologique contenu dans ce dernier, de sorte à obtenir la séparation de l'eau et des composants du produit biologique contenus dans le matériau organique lequel se trouve entraîné hors de
 - 15 l'enceinte étanche (1) par la vapeur résultant de la vaporisation de l'eau expulsée de ladite matière organique ;
 - on prélève, avant l'exécution des phases de condensation et de séparation, une fraction de la vapeur chargée de molécules du produit biologique contenu dans la matière biologique traitée ;
 - 20 - on surchauffe cette fraction de la vapeur prélevée et on la réinjecte dans l'enceinte étanche sous forme de vapeur surchauffée soumise à l'action du champ de micro-ondes pour l'extraction du produit biologique ;
 - on condense la vapeur après cette phase d'extraction pour récupérer l'extrait entraîné par celle-ci,
 - 25 - on effectue la séparation de l'eau et des extraits entraînés par celle-ci.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, pour une extraction opérée sous pression atmosphérique, la température de surchauffe est de l'ordre de 110°C à 120°C.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que
- 30 l'extraction du produit biologique dans l'enceinte d'extraction est opérée en l'absence de tout solvant.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on applique une pression réduite dans l'enceinte étanche (1), ou en ce que l'on met ladite enceinte sous vide.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on injecte de l'azote dans l'enceinte étanche (1), avant la phase d'exposition des matières organiques au rayonnement micro-ondes.

6. Procédé selon la revendication 4, selon lequel on applique une pression réduite dans l'enceinte étanche (1), caractérisé en ce que la température de surchauffe est de l'ordre de 10°C à 20°C supérieure à la température de vaporisation.

7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'une fraction de l'eau récupérée après l'étape de condensation et de décantation, est recyclée en la réinjectant dans l'enceinte d'extraction.

8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on injecte un volume d'eau complémentaire, de façon continue ou séquentielle, lorsque le produit biologique ne contient pas suffisamment d'eau interne, par exemple dans le cas de traitement de grains ou de pépins, de façon à maintenir une période suffisante de vaporisation pour extraire l'ensemble des substances visées.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que, lorsque le matériau organique est déshydraté ou présente un taux d'humidification très bas, ledit matériau est, de préférence, préalablement réhydraté ; alternativement, l'opération d'apport d'eau peut être opérée préalablement à l'exposition du matériau organique au champ micro-ondes et simultanément à la mise en route du brassage.

10. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la vapeur surchauffée est réinjectée dans le bol tournant par le fond (22) dudit bol tournant.

11. Installation pour l'extraction de produits biologiques à partir de matières organiques, en particulier pour la mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, comprenant une enceinte (1) étanche au rayonnement micro-ondes et communiquant avec un générateur de micro-ondes (9), et une cuve ou bol tournant (12), logé(e) dans ladite enceinte (1), et assujéti à un moteur (17) assurant son entraînement en rotation, ladite enceinte et ledit bol tournant étant montés de sorte que leur axe (A) est incliné d'un angle (α) par rapport à la verticale, ladite enceinte (1) comprenant une ouverture d'entrée fermée de manière étanche par un couvercle (1b) pour l'introduction des matières organiques à distiller, et une ouverture de sortie (3) des vapeurs communiquant avec un dispositif (6) de

séparation des produits biologiques (huiles essentielles) et de la phase aqueuse, via un système de condensation (4), caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (26-26a-26b-26c) permettant de :

- prélever une fraction de la vapeur chargée de molécules du produit biologique et
- 5 résultant de l'exposition des matières organiques au rayonnement micro-ondes ;
- surchauffer cette fraction prélevée pour obtenir une vapeur surchauffée, et
- réinjecter cette vapeur surchauffée dans l'enceinte étanche (1).

12. Installation selon la revendication 11, caractérisée en ce que lesdits moyens (26, 26a, 26b, 26c, ...) d'injection de vapeur surchauffée comprennent un

10 conduit de dérivation (26a) branché sur le conduit de sortie de vapeur (3) et retournant à ladite enceinte étanche (1) via un surchauffeur (26) installé sur le conduit de dérivation.

13. Installation selon l'une des revendications 11 ou 12, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens permettant d'appliquer une pression réduite dans

15 l'enceinte micro-ondes (1) durant la phase d'extraction, ou des moyens permettant de faire le vide dans ladite enceinte étanche (1).

14. Installation suivant l'une quelconque des revendications 11 à 13, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens permettant de récupérer au moins une partie du volume d'eau produite par la condensation et par la séparation des

20 constituants de la vapeur produite par l'action des micro-ondes et de réinjecter cette eau récupérée dans l'enceinte étanche (1).

15. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 14, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens de régulation de la température de l'enceinte étanche (1).

25 16. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 15, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens permettant de régler l'angle (α) d'inclinaison de l'enceinte étanche (1).

17. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 16, caractérisée en ce que le bol tournant est muni intérieurement de pales de brassage

30 (14).

18. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 17, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens de réglage de la vitesse de rotation dudit bol tournant (12).

19. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 18, caractérisée en ce que l'enceinte étanche (1) est constituée d'une double peau (1a', 1a'') métallique, un espace (11) étant ménagé entre les deux peaux, cet espace étant raccordé à une source de fluide de réchauffage, ou renfermant un moyen de surchauffage.

20. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 19, caractérisée en ce que l'enceinte étanche (1) est constituée d'une double peau (1a', 1a'') métallique, un espace (11) étant ménagé entre les deux peaux, cet espace étant raccordé à une source de fluide refroidissant, l'enceinte étanche (1) remplissant, dans ce cas, la fonction de condenseur.

21. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 20, caractérisée en ce que des orifices d'évacuation (24) sont ménagés dans le fond du bol tournant (12), pour l'évacuation de l'eau extraite de la matière organique traitée avant qu'elle ne soit vaporisée, cette eau étant évacuée de l'enceinte fixe (1) par un orifice (18) étanche aux micro-ondes disposé au point le plus bas de ladite enceinte.

22. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 21, caractérisée en ce que le bol tournant (12) comporte un double fond perforé (22).

23. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 22, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (1d, 1f) de lecture de température du produit biologique.

24. Installation suivant l'une quelconque des revendications 11 à 23, caractérisée en ce qu'une collerette (23) est disposée sous la face interne de la paroi supérieure de l'enceinte ou la face interne du couvercle constituant cette paroi, de façon à guider les vapeurs vers l'orifice de sortie (3) communiquant avec le dispositif de séparation des produits biologiques extraits et de la phase aqueuse.

25. Installation selon l'une quelconque des revendications 11 à 24, caractérisée en ce qu'elle comporte des moyens d'injection complémentaires d'eau dans l'enceinte étanche (1).

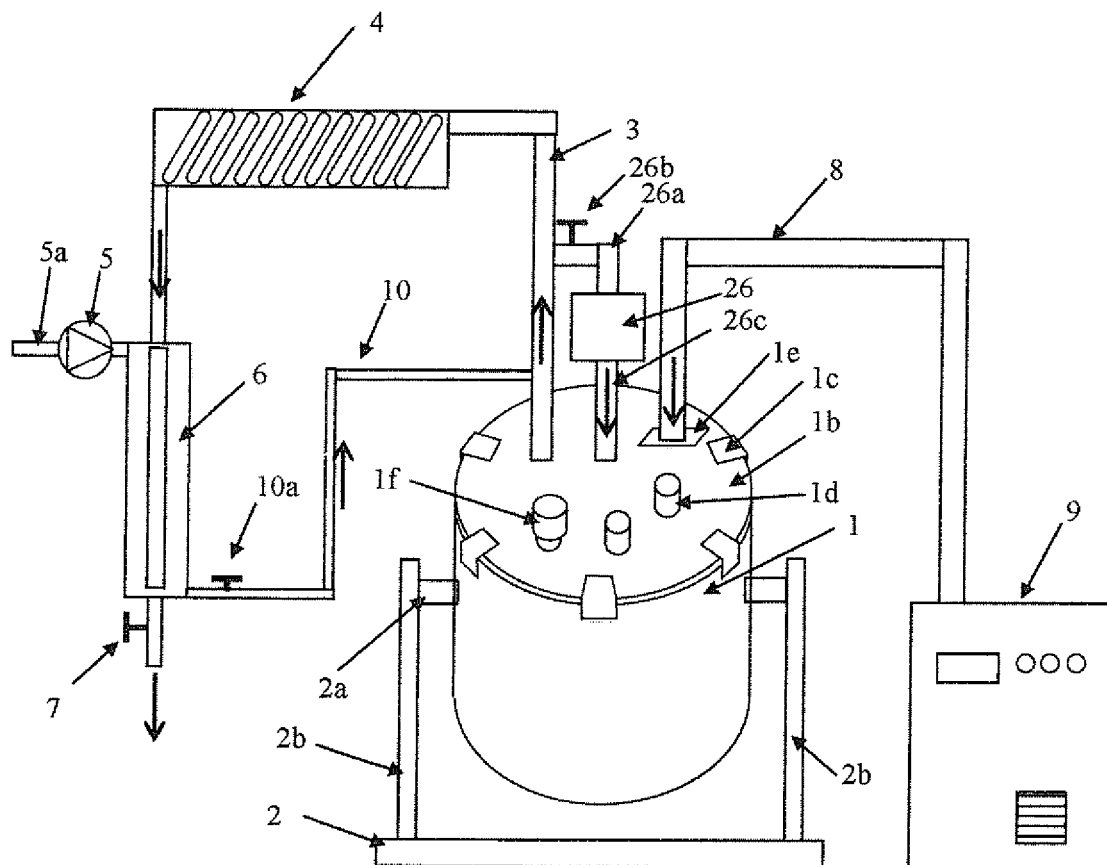
Figure 1

Figure 2

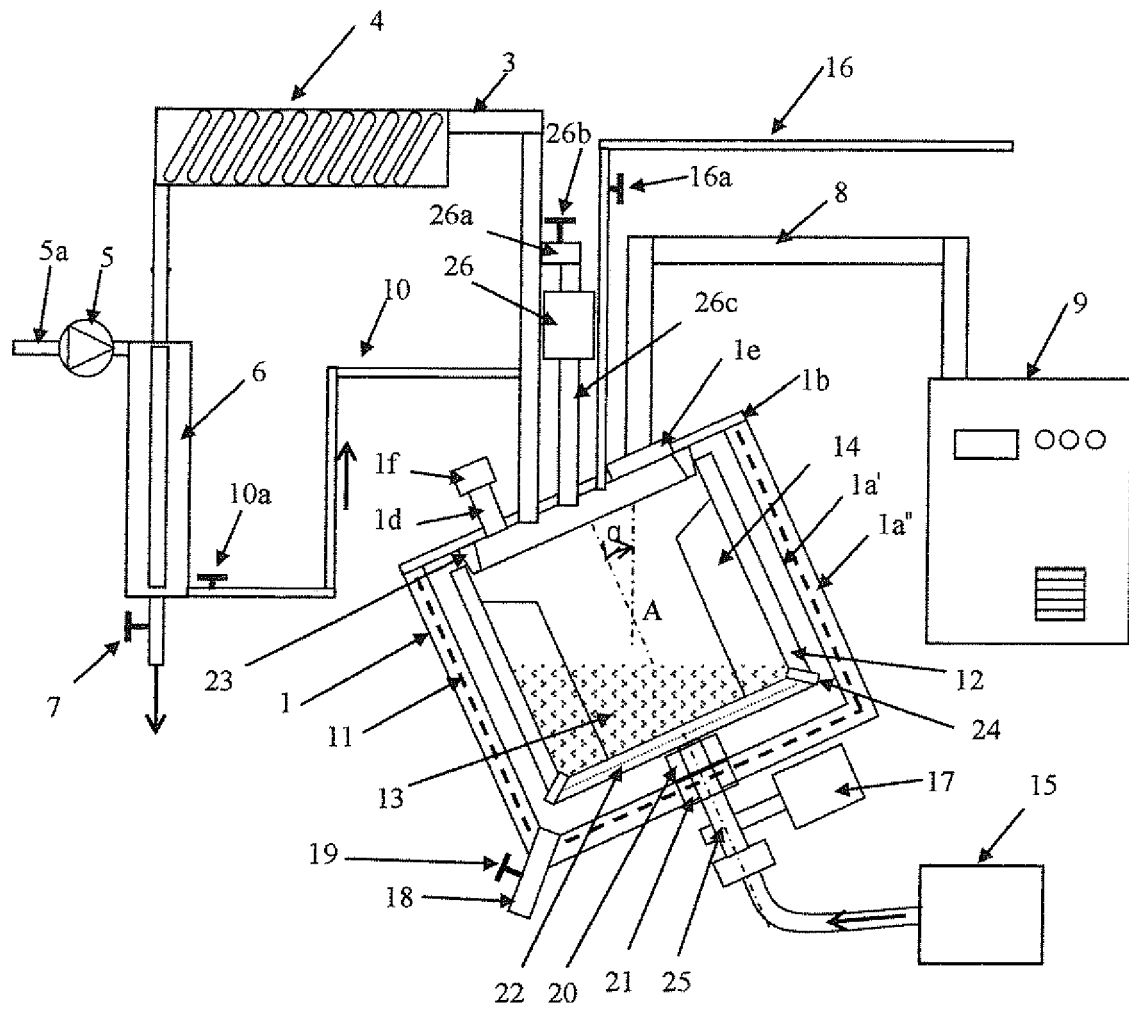


Figure 3

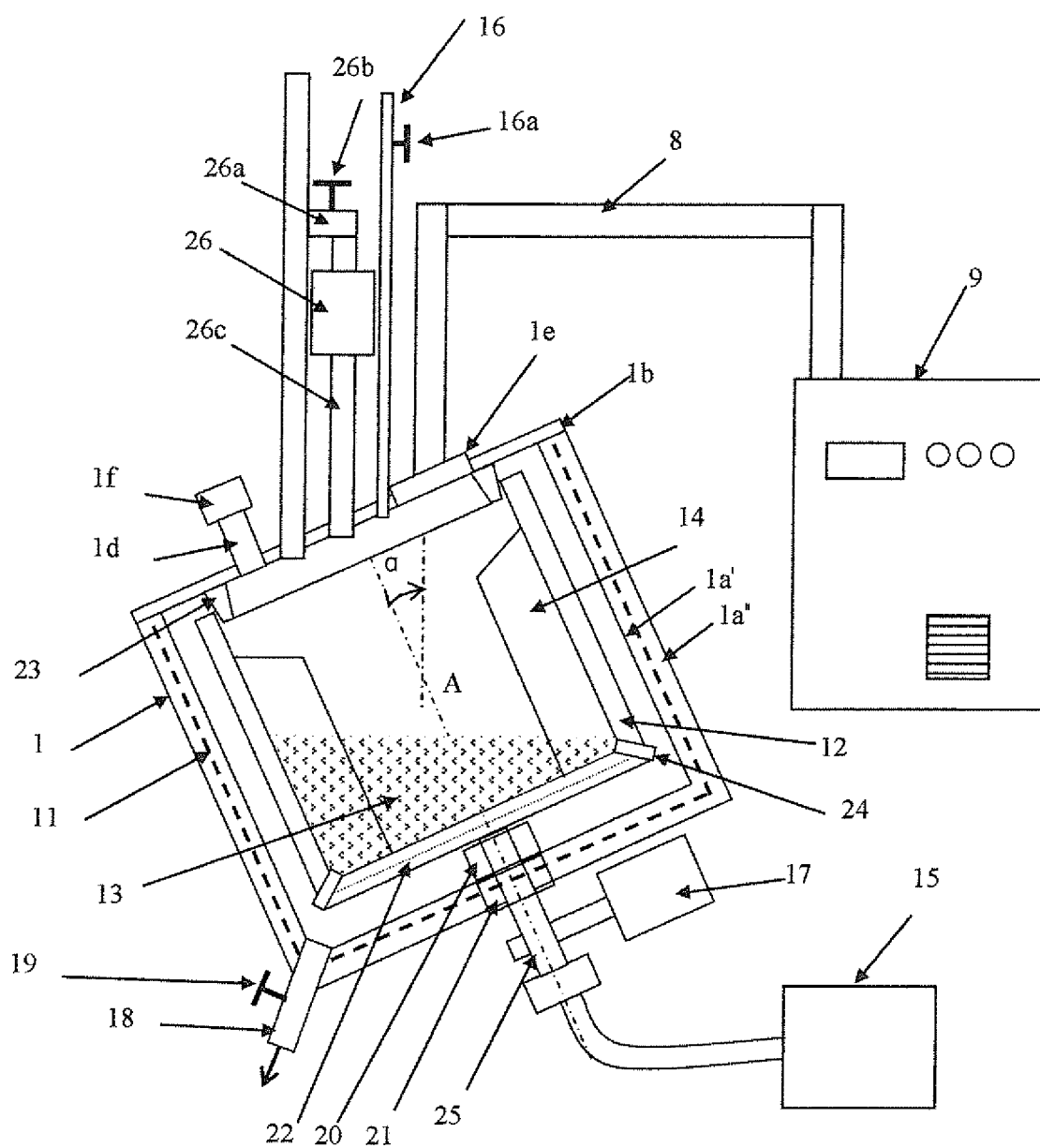


Figure 4

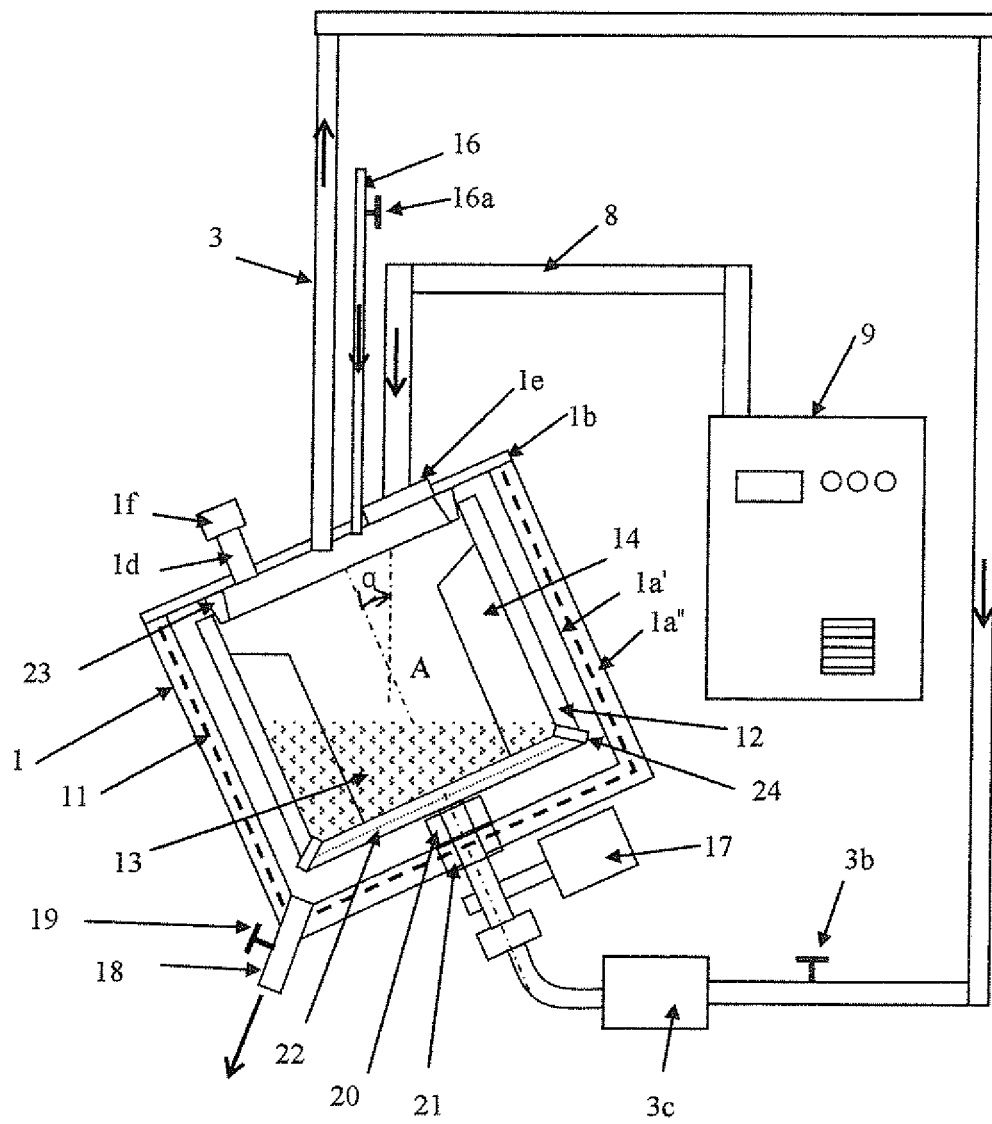
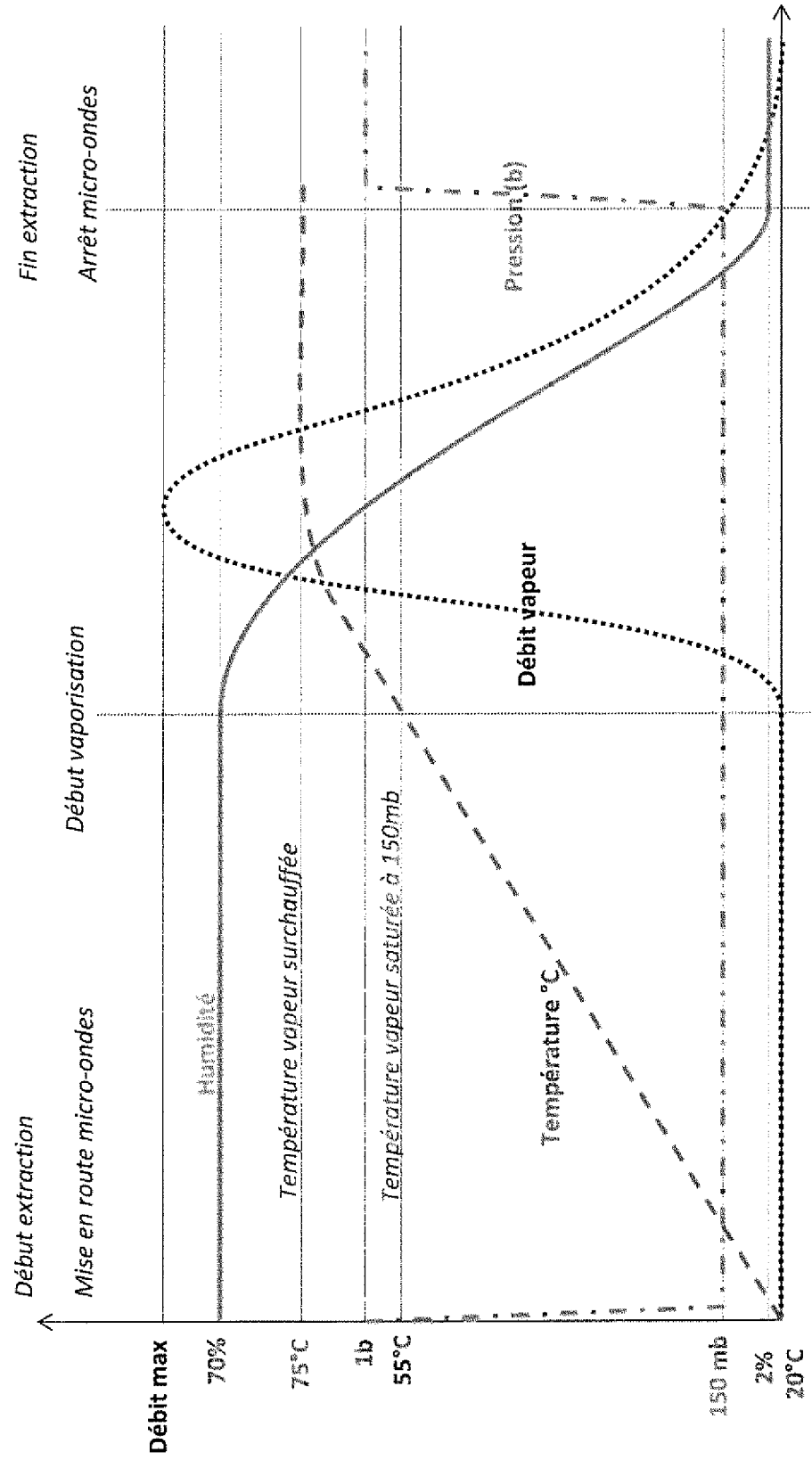


Figure 5



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

☒ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☐ Le demandeur a maintenu les revendications.

☒ Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

EP 2 530 059 A1 (IDCO [FR]) 5 décembre 2012 (2012-12-05)

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

EP 0 698 076 A1 (ARCHIMEX PIBS [FR]) 28 février 1996 (1996-02-28)

FR 2 976 062 A1 (IDCO [FR]) 7 décembre 2012 (2012-12-07)

FR 2 435 521 A1 (TOURNAIRE SA) 4 avril 1980 (1980-04-04)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT