



CONFÉDÉRATION SUISSE  
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

Int. Cl.<sup>3</sup>: B 01 D 3/40  
C 12 C 9/02

**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**  
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein



**FASCICULE DU BREVET** A5

(11)

**631 350**

(21) Numéro de la demande: 4599/78

(22) Date de dépôt: 27.04.1978

(30) Priorité(s): 29.04.1977 GB 18056/77

(24) Brevet délivré le: 13.08.1982

(45) Fascicule du brevet  
publié le: 13.08.1982

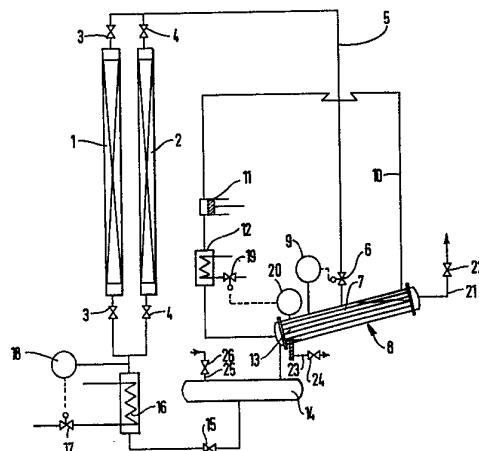
(73) Titulaire(s):  
The Distillers Company (Carbon Dioxide)  
Limited, Reigate/Surrey (GB)

(72) Inventeur(s):  
Alfred Gordon Wheldon, Dagenham Dock (GB)  
Peter Edward Cockerill, Dagenham Dock (GB)

(74) Mandataire:  
Kirker & Cie, Genève

**(54) Procédé d'extraction d'une substance organique à partir d'une matière végétale au moyen de dioxyde de carbone liquide.**

(57) La matière qui doit subir l'extraction est mise en contact avec du dioxyde de carbone liquide dans une chambre d'extraction (1, 2) pour dissoudre la substance à extraire dans le dioxyde de carbone liquide, la solution d'extrait est conduite dans le circuit secondaire (7) d'un échangeur de chaleur (8) pour évaporer le dioxyde de carbone de la solution d'extrait, la vapeur de dioxyde de carbone est comprimée au moyen d'un compresseur (11) et est condensée dans le circuit primaire (13) de l'échangeur (8) pour reformer du dioxyde de carbone liquide que l'on remet en contact avec la matière devant subir l'extraction. Ainsi, une partie au moins de la chaleur qui se dégage de la vapeur de dioxyde de carbone après sa compression et pendant son passage de l'état de vapeur à l'état de dioxyde de carbone liquide est utilisée pour l'évaporation du dioxyde de carbone liquide de la solution de l'extrait.



## REVENDEICATIONS

1. Procédé d'extraction d'une substance organique à partir d'une matière végétale au moyen de dioxyde de carbone liquide, comprenant la mise en contact de la matière qui doit subir l'extraction avec le dioxyde de carbone liquide pour dissoudre la substance à extraire dans le dioxyde de carbone liquide, le chauffage de la solution d'extrait pour évaporer le dioxyde de carbone de la solution d'extrait, la compression de la condensation de la vapeur de dioxyde de carbone évaporée pour reformer du dioxyde de carbone liquide et le recyclage du dioxyde de carbone liquide pour le remettre en contact avec la matière devant subir l'extraction, caractérisé par le fait qu'une partie au moins de la chaleur qui se dégage de la vapeur de dioxyde de carbone après sa compression et pendant son passage de l'état de vapeur à l'état de dioxyde de carbone liquide est utilisée pour provoquer le changement d'état de dioxyde de carbone liquide dans la solution de l'extrait pour évaporer le dioxyde de carbone de la solution de l'extrait.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le dioxyde de carbone est soumis à une étape de refroidissement avant d'être mis en contact avec la matière devant subir l'extraction.

3. Installation pour la mise en œuvre du procédé selon la revendication 1, comprenant une chambre d'extraction possédant une entrée et une sortie, contenant la matière devant subir l'extraction, un compresseur pour comprimer le dioxyde de carbone gazeux, et un échangeur de chaleur comportant un circuit primaire pour le milieu le plus chaud à refroidir et un circuit secondaire pour le milieu le plus froid à réchauffer, caractérisée par le fait que l'entrée du circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8) est reliée à la sortie de la chambre d'extraction (1, 2) de telle manière qu'un courant d'extrait dissous dans le dioxyde de carbone liquide est introduit dans le circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8) où il reçoit de la chaleur et où le dioxyde de carbone est évaporé, par le fait que la sortie du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur est reliée au compresseur (11) de manière que la vapeur de dioxyde de carbone quittant le circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8) soit comprimée, par le fait que l'entrée du circuit primaire (13) de l'échangeur de chaleur (8) est reliée au compresseur (11) de manière que la vapeur de dioxyde de carbone comprimée et chauffée par sa compression soit introduite dans le circuit primaire (13) de l'échangeur de chaleur (8) où elle cède de la chaleur au circuit secondaire (7) et où la vapeur de dioxyde de carbone change d'état et se liquéfie pour former du dioxyde de carbone liquide, par le fait qu'un refroidisseur (16) est relié au circuit primaire (13) de l'échangeur de chaleur (8), de manière que le dioxyde de carbone liquide s'échappant du circuit primaire (13) de l'échangeur de chaleur (8) soit refroidi davantage dans le refroidisseur (16), et soit relié à la chambre d'extraction (1, 2) de manière que le dioxyde de carbone liquide soit renvoyé à la chambre d'extraction (1, 2), et par le fait que le circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8) comporte aussi au moins une sortie supplémentaire (23) pour la substance extraite.

4. Installation selon la revendication 3, caractérisée par le fait qu'elle comprend des moyens (17, 18) de commande du débit du fluide de refroidissement traversant le refroidisseur (16) en fonction de la température du dioxyde de carbone liquide introduit dans la chambre d'extraction (1, 2) pour maintenir la température du dioxyde de carbone liquide à une valeur constante prédéterminée.

5. Installation selon la revendication 4, caractérisée par le fait que les moyens (17, 18) sont réglés de façon à maintenir la température entre 0 et 15°C.

6. Installation selon l'une des revendications 3 à 5, caractérisée par le fait qu'elle comporte un échangeur de chaleur supplémentaire (12) situé entre le compresseur (11) et le circuit primaire (13) de l'échangeur de chaleur (8) pour parfaire l'équilibre thermique de l'installation.

7. Installation selon la revendication 6, caractérisée par le fait qu'elle comporte un dispositif (19, 20) pour commander le débit du fluide échangeur de chaleur traversant l'échangeur de chaleur supplé-

mentaire (12) en fonction de la pression régnant en un point de l'installation.

8. Installation selon la revendication 7, caractérisée par le fait que le dispositif (19, 20) est sensible à la pression régnant dans le circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8) et est agencé de façon à agir sur l'échangeur de chaleur supplémentaire (12) pour maintenir la pression dans le circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8) à une valeur telle que la température dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur est comprise entre 10°C et la température critique du dioxyde de carbone.

9. Installation selon l'une des revendications 3 à 8, caractérisée par le fait que le circuit primaire (13) de l'échangeur de chaleur (8) comporte un orifice de sortie (21) à son extrémité supérieure pour permettre à toute impureté volatile d'être éliminée.

10. Installation selon l'une des revendications 3 à 9, caractérisée par le fait qu'une sortie supplémentaire (27) est mise en communication avec la solution d'extrait dans le dioxyde de carbone liquide du circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8), et qu'elle comporte un évaporateur (29) destiné à recevoir la solution d'extrait et à évaporer le dioxyde de carbone.

11. Installation selon l'une des revendications 3 à 10, caractérisée par le fait qu'elle comporte une colonne à distiller (33) en série avec la sortie du circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8) et le compresseur (11).

12. Installation selon l'une des revendications 3 à 11, caractérisée par le fait qu'elle comporte des dispositifs (40, 41, 42, 43) destinés à introduire un constituant supplémentaire dans le circuit secondaire (7) de l'échangeur de chaleur (8).

Cette invention se rapporte à un procédé et à une installation pour l'extraction d'une substance organique à partir d'une matière végétale à l'aide de dioxyde de carbone liquide comme agent d'extraction, et elle trouve une application particulière dans l'extraction des principes amers du houblon.

Le brevet N° 3477856 des Etats-Unis révèle un procédé général pour l'extraction de parfums et de matières contenant des parfums issus d'une grande variété de substances organiques différentes par l'utilisation de dioxyde de carbone comme agent d'extraction. La matière devant subir l'extraction et le dioxyde de carbone traversent une colonne d'extraction dans laquelle la substance devant être extraite est dissoute dans le dioxyde de carbone liquide et la solution de la substance extraite dans le dioxyde de carbone liquide est alors transférée à un évaporateur dans lequel le dioxyde de carbone est évaporé. La substance extraite reste dans l'évaporateur et la vapeur de dioxyde de carbone est condensée dans un condensateur indépendant ultérieur, et ensuite recyclée au contact de la matière devant subir l'extraction.

Une somme de travail considérable a été faite pour produire des extraits de café et de thé en utilisant du dioxyde de carbone comme agent d'extraction mais, en général, cela nécessite l'emploi de dioxyde de carbone à l'état de fluide supercritique. En particulier, le dioxyde de carbone supercritique est utilisé pour préparer du café décaféiné. Le brevet britannique N° 1346134 est un exemple typique de l'un des différents procédés d'extraction. Dans cette description, du dioxyde de carbone à l'état supercritique, en ce qui concerne à la fois sa pression et sa température, passe à travers une colonne d'extraction remplie de grains de café moulus pour extraire l'essence de café contenant les constituants de l'arôme du café. Après que toute l'essence de café a été extraite, on introduit de l'eau dans le système et le dioxyde de carbone supercritique complètement saturé d'eau est alors utilisé pour extraire la caféine du café moulu dans la colonne d'extraction. Enfin, les essences de café sont restituées au café moulu décaféiné. Dans tout le procédé, le dioxyde de carbone est toujours dans un état supercritique en ce qui concerne sa température ou sa

pression et, pendant l'extraction, le dioxyde de carbone est supercritique en ce qui concerne les deux grandeurs à la fois. Ce brevet commente aussi l'emploi du dioxyde de carbone liquide et comporte un exemple comparatif montrant que, pour le café, il faut faire passer approximativement quatre-vingts fois plus de dioxyde de carbone au travers du café lorsque le dioxyde de carbone est à l'état liquide que lorsqu'il est à l'état supercritique pour obtenir l'extraction de l'essence de café désirée.

Un autre brevet britannique, N° 1388581, débat de l'emploi du dioxyde de carbone supercritique en tant qu'agent d'extraction pour le houblon. Ce brevet mentionne qu'il est possible d'obtenir un extrait du houblon en utilisant le dioxyde de carbone liquide mais soutient également que le pouvoir dissolvant du dioxyde de carbone liquide est beaucoup plus faible que celui du dioxyde de carbone supercritique. Ce brevet décrit un système dans lequel le dioxyde de carbone gazeux est comprimé jusqu'à ce qu'il soit supercritique en ce qui concerne sa pression, puis chauffé de manière qu'il soit supercritique en ce qui concerne sa pression et sa température à la fois, et il passe alors à travers une colonne d'extraction remplie de houblon. Le dioxyde de carbone supercritique est alors refroidi de manière qu'il ne soit supercritique que vis-à-vis de sa pression et introduit dans un séparateur dans lequel la plus faible solubilité de la substance extraite du houblon dans le dioxyde de carbone qui n'est supercritique que vis-à-vis de sa pression fait précipiter la substance extraite hors de la solution. Le dioxyde de carbone est alors recyclé à travers le compresseur et la chambre d'extraction. Ce texte décrit l'extrait comme ayant l'aspect d'une pâte dont la couleur varie du vert clair au vert foncé. Les extractions classiques au solvant enlèvent non seulement les principes amers mais la chlorophylle, et il est probable que le dioxyde de carbone supercritique extraie un peu de chlorophylle du houblon. Il est très difficile d'ôter la chlorophylle et autres substances de l'extrait, par exemple pour obtenir un extrait isomérisé, sans perdre quelques-uns des constituants aromatiques.

Toutes les installations d'extraction utilisant le dioxyde de carbone supercritique travaillent à des pressions très élevées, ce qui a pour résultat de rendre ces installations très coûteuses.

La présente invention a pour but d'améliorer l'économie de l'extraction au moyen du dioxyde de carbone liquide, grâce au procédé et à l'installation définis respectivement dans les revendications 1 et 3.

La description qui suit illustre, à titre d'exemple, l'application du procédé et de l'installation selon l'invention à l'extraction des principes amers du houblon. En effet, dans des conditions de température et de pression soigneusement contrôlées, le dioxyde de carbone est très sélectif dans son action et il est possible d'obtenir un extrait de houblon jaune d'or qui contient les principes amers du houblon, c'est-à-dire la fraction des acides  $\alpha$  des résines molles contenues dans le houblon accompagnée d'autres constituants aromatiques désirés. Le reste de l'extrait est composé de matière inerte qui n'influence ni le goût ni la couleur de l'extrait. Cet extrait est si pur qu'il peut être isomérisé directement sans qu'il soit nécessaire de le soumettre à d'autres opérations de purification.

L'installation ici décrite permet de mener à bien une extraction très efficace puisque l'installation est en équilibre thermique, la chaleur de compression et la chaleur latente dégagée par la vapeur de dioxyde de carbone comprimée lors de sa liquéfaction étant utilisées pour fournir la chaleur nécessaire à évaporer le dioxyde de carbone de la solution de l'extrait de houblon dans l'autre circuit de l'échangeur de chaleur. Le refroidissement du dioxyde de carbone liquide dans le refroidissement avant son introduction dans la colonne d'extraction réduit la température du dioxyde de carbone liquide à une valeur inférieure à la température d'équilibre correspondant à la pression de service en ce point. Cela préserve le dioxyde de carbone liquide sortant de l'échangeur de chaleur de l'ébullition avant de l'envoyer dans la colonne d'extraction, de telle manière qu'il n'y a pratiquement pas de vapeur de dioxyde de carbone présente dans la colonne d'extraction, ce qui assure le maximum de contact

entre le dioxyde de carbone liquide et le houblon dans la colonne d'extraction.

De préférence, l'installation comporte un dispositif de contrôle du débit du fluide de refroidissement traversant le refroidisseur en fonction de la température du dioxyde de carbone liquide introduit à l'entrée de la chambre d'extraction pour maintenir la température du dioxyde de carbone liquide introduit dans la chambre d'extraction à une température constante prédéterminée. De préférence, le dispositif est réglé de façon à maintenir la température entre 0 et 15°C. Il est même encore préférable que le dispositif soit réglé de façon à maintenir substantiellement une température de 8°C. Cette température correspond à la solubilité maximale des acides  $\alpha$  contenus dans le houblon en même temps qu'à une solubilité raisonnablement faible des acides  $\beta$  contenus dans le houblon, et, lorsque l'extraction est effectuée à cette température, un extrait particulièrement profitable est obtenu.

Selon les températures ambiantes régnant autour de l'installation et l'efficacité de son isolation thermique, l'installation peut être réalisée de manière que le refroidisseur compense juste l'apport de chaleur du compresseur, mais il est préférable que l'installation d'extraction comporte un échangeur de chaleur supplémentaire situé entre le compresseur et l'entrée du circuit primaire de l'échangeur de chaleur. Selon les températures ambiantes, le degré d'isolation thermique et la température exacte à laquelle on doit effectuer l'extraction et l'évaporation du dioxyde de carbone, cet échangeur de chaleur supplémentaire peut apporter ou retirer de la chaleur au dioxyde de carbone comprimé quittant le compresseur. Cet échangeur de chaleur supplémentaire exerce simplement un contrôle précis du système.

De préférence, l'installation comporte un dispositif de contrôle du débit de fluide échangeur de chaleur traversant l'échangeur de chaleur supplémentaire en fonction de la pression régnant en un point de cette installation. Dans ce cas, le dispositif est, de préférence, sensible à la pression régnant dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur et contrôle l'échangeur de chaleur supplémentaire pour maintenir la pression dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur à une valeur telle que la température dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur est comprise entre 10°C et la température critique du dioxyde de carbone. Il est préférable que le dispositif maintienne la température du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur entre 10°C et la température critique du dioxyde de carbone, 31°C car, à des températures inférieures à 10°C, un hydrate solide du dioxyde de carbone  $\text{CO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  se dépose sur les surfaces échangeuses de chaleur de l'échangeur de chaleur et cela modifie l'efficacité de l'échangeur de chaleur.

Comme le dioxyde de carbone s'évapore dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur et qu'en conséquence la concentration de la substance extraite du houblon augmente, cette concentration arrive à dépasser la solubilité dans le dioxyde de carbone liquide et l'extrait se trouve ainsi précipité à partir de la solution. L'extrait de houblon a l'aspect d'un liquide mobile jaune et forme une couche séparée dans les parties inférieures du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur.

De préférence, le circuit primaire de l'échangeur de chaleur comporte aussi un orifice de sortie à son extrémité supérieure. Cet orifice de sortie permet à toutes les impuretés volatiles présentes d'être éliminées. Cela est particulièrement important dans le cas de l'oxygène, car il est difficile de s'assurer que tout l'air est purgé du houblon par balayage avec du dioxyde de carbone gazeux et, dans le cas d'un balayage inefficace avec du dioxyde de carbone, l'air entraîné dans le houblon conduit à la présence d'air dans le système pendant l'extraction. L'azote est inerte et n'a pas d'effet réel, mais l'oxygène attaque la substance extraite et provoque l'oxydation. L'existence de l'orifice du circuit primaire de l'échangeur de chaleur associé au changement d'état qui a lieu dans le circuit primaire de l'échangeur de chaleur permet aux impuretés volatiles d'être éliminées, ce qui a pour résultat de supprimer pratiquement toute oxydation de la substance extraite du houblon. Cela constitue un

avantage considérable sur les installations utilisant du dioxyde de carbone supercritique pour extraire la substance car, lorsque le dioxyde de carbone est toujours supercritique vis-à-vis de la pression, de la température ou des deux, il est impossible d'éliminer les impuretés volatiles.

De nos jours, dans l'industrie de la brasserie, un procédé de houblonnage à sec est mis en œuvre, dans lequel le houblon est macéré dans le moût fermenté pour augmenter la concentration des huiles de houblon dans le moût et améliorer le goût et le bouquet de la bière achevée. Nous avons trouvé que les huiles de houblon peuvent être isolées séparément des principes amers du houblon et qu'on peut aussi faire varier la proportion des huiles de houblon dans la substance extraite. La concentration des huiles de houblon dans le dioxyde de carbone dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur augmente progressivement et, tandis que quelques huiles de houblon se trouvent mélangées à la fraction des acides  $\alpha$  et  $\beta$  des résines molles, une quantité bien plus importante reste en solution dans le dioxyde de carbone liquide.

Pour récupérer un produit différent du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur, une sortie supplémentaire peut être installée en communication avec la solution d'extrait dans le dioxyde de carbone liquide du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur et l'installation peut aussi comporter un évaporateur destiné à recevoir la solution d'extrait et à évaporer le dioxyde de carbone pour laisser un produit qui est riche en huile de houblon. Le dioxyde de carbone évaporé de l'évaporateur est ramené au compresseur et à nouveau recyclé à travers le système. Cet autre produit possible contient une grande proportion d'huiles de houblon, de l'ordre de 50%, ainsi qu'un peu d'acides  $\alpha$  et  $\beta$ . Un tel extrait de houblon donnerait bien plus de parfum et de bouquet à une bière, et les deux produits différents peuvent être mélangés pour donner les proportions désirées d'agents amers et de constituants aromatiques.

L'installation peut aussi comporter une colonne à distiller en série avec la sortie du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur et l'entrée du compresseur. Avec une colonne à distiller à cet endroit, un extrait d'huiles de houblon pur peut être obtenu. Les huiles de houblon peuvent être séparées du dioxyde de carbone ou elles peuvent rester en solution dans le dioxyde de carbone liquide de telle manière qu'elles peuvent être injectées dans la bière brassée pendant sa saturation au dioxyde de carbone à la fin du processus de brassage, d'une manière quelque peu analogue au procédé de houblonnage à sec existant.

Enfin, l'installation peut aussi comporter un dispositif pour introduire un constituant supplémentaire dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur. Cet autre constituant, qui est habituellement un solvant organique et de préférence l'éthanol, peut être injecté dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur et servir d'antigel pour empêcher la formation d'hydrate solide de dioxyde de carbone  $\text{CO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  et pour permettre au circuit secondaire de l'échangeur de chaleur de travailler à des températures substantiellement plus basses, ou bien ce constituant additionnel peut être utilisé pour modifier l'équilibre qui s'établit dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur. De cette manière, un constituant additionnel, en particulier lorsqu'il s'agit de l'éthanol, peut produire un extrait homogène contenant une grande proportion d'huiles de houblon en combinaison avec les acides  $\alpha$  et  $\beta$ , et la substance extraite du houblon peut avoir la forme d'une teinture de l'extrait dans l'éthanol. L'addition de ce constituant supplémentaire dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur peut être utilisée pour provoquer la séparation des différentes phases dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur et pour modifier la volatilité des différents constituants pour augmenter ou diminuer la concentration des huiles de houblon quittant la sortie du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur.

De préférence, l'installation comporte au moins deux chambres d'extraction disposées en parallèle et équipées de telle manière qu'une extraction peut être effectuée en utilisant l'une des chambres d'extraction,

tandis que l'autre chambre d'extraction est nettoyée et remplie de houblon.

Un exemple d'un procédé et d'une installation en conformité avec cette invention, et trois modifications de l'installation devant être utilisées pour l'extraction des principes amers et des huiles du houblon, va maintenant être décrit avec références aux dessins accompagnant le texte, dans lesquels:

la fig. 1 représente un diagramme de la disposition fondamentale de l'installation,

la fig. 2 représente un diagramme d'une installation présentant une première modification,

la fig. 3 représente un diagramme d'une installation présentant une seconde modification,

la fig. 4 représente un diagramme d'une installation présentant une troisième modification.

L'installation comprend deux chambres d'extraction 1 et 2 disposées en parallèle, avec une paire de vannes d'arrêt 3 et 4 aux extrémités opposées de chacune des chambres 1 et 2 respectivement. Chaque chambre a la forme d'une colonne et comporte une plaque filtrante couvrant son entrée et sa sortie pour empêcher le houblon de quitter la chambre, mais permettre au dioxyde de carbone liquide de s'infiltrer en montant au travers du houblon dans chaque chambre. Les sorties aux sommets des chambres 1 et 2 sont reliées par un tuyau 5 à une vanne régulatrice de débit 6. La sortie de la vanne régulatrice de débit 6 conduit au circuit secondaire 7 d'un échangeur de chaleur 8. La vanne régulatrice de débit 6 est commandée par un détecteur de niveau de liquide 9 de manière qu'un niveau sensiblement constant est maintenu dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8.

Un tuyau 10 conduit à la sortie du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 à l'entrée d'un compresseur 11. La sortie du compresseur 11 est reliée à un échangeur de chaleur 12 qui, dans cet exemple, est un refroidisseur, et la sortie du refroidisseur est reliée au circuit primaire 13 de l'échangeur de chaleur 8. Une sortie du circuit primaire 13 de l'échangeur de chaleur 8 est reliée à un récipient récepteur de liquide 14 et une sortie du récipient récepteur de liquide 14 est reliée à travers une vanne d'arrêt 15 à l'entrée d'un refroidisseur secondaire 16. La sortie du refroidisseur secondaire 16 mène directement aux entrées des chambres d'extraction 1 et 2 à travers les vannes 3 et 4. La quantité de fluide réfrigérant traversant le refroidisseur secondaire 16 est contrôlée par une vanne régulatrice de débit 17 commandée par un détecteur de température qui mesure la température du dioxyde de carbone liquide quittant le refroidisseur secondaire 16 et fait varier le débit de fluide réfrigérant traversant le refroidisseur secondaire 16 pour maintenir une température constante à la sortie du refroidisseur secondaire 16. Le débit de fluide réfrigérant traversant l'échangeur de chaleur 12 est contrôlé par une vanne régulatrice de débit 19 commandée par un détecteur de pression 20. L'échangeur de chaleur 12 sert à ajuster l'équilibre thermique interne global et, lorsque la pression augmente, la vanne régulatrice de débit 19 s'ouvre pour augmenter le degré de refroidissement qui se produit dans l'échangeur de chaleur 12.

Le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 comporte un orifice de sortie supplémentaire 21 commandé par une vanne régulatrice de débit 22 et une sortie pour les produits 23 commandée par une vanne régulatrice de débit 24. Un orifice de sortie permet aux matières volatiles d'être éliminées du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8. Le récepteur de liquide 14 comporte une entrée supplémentaire 25 commandée par une vanne régulatrice de débit 26 à travers laquelle le dioxyde de carbone est introduit pour remplir l'installation initialement et pour compenser toute perte.

Toute l'installation est faite en acier inoxydable et l'installation est prévue pour travailler sous des pressions de l'ordre de 50 kg/cm<sup>2</sup>. Comme l'échangeur de chaleur 8 contient du dioxyde de carbone à 65 fois dans ses circuits primaire et secondaire, la pression différentielle entre les circuits primaire et secondaire de l'échangeur de chaleur 8 est simplement créée par le compresseur 11 et cette pression différentielle est très faible, de l'ordre de 7 kg/cm<sup>2</sup>. Cette faible

pression différentielle entre les circuits primaire et secondaire de l'échangeur de chaleur simplifie sa construction.

Les vannes 3 étant fermées pour isoler la chambre d'extraction 1, la chambre 1 est remplie de houblon broyé. La plus grande partie de l'air est purgée hors de la chambre 1 en utilisant du dioxyde de carbone, et alors les vannes 3 sont ouvertes pour mettre la chambre 1 sous pression et permettre au dioxyde de carbone liquide de s'infiltrer en montant au travers du houblon dans la chambre 1. Comme le dioxyde de carbone liquide s'infiltré au travers de la chambre d'extraction 1, il extrait les parties du houblon qui sont solubles dans le dioxyde de carbone liquide. Principalement, les matières extraites du houblon sont les huiles de houblon et la fraction des acides  $\alpha$  et  $\beta$  des résines molles contenues dans le houblon, les acides  $\alpha$  constituant les principes amers du houblon, et les huiles de houblon constituant les principaux parfums et constituants aromatiques du houblon. La solution des substances extraites passe dans le tuyau 5 et, à travers la vanne de contrôle 6, dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8. Dans l'échangeur de chaleur 8, la solution est chauffée, ce qui provoque un changement d'état du dioxyde de carbone et la vapeur de dioxyde de carbone s'échappant de la solution par ébullition quitte le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 par le tuyau 10 et arrive au compresseur 11. La vapeur de dioxyde de carbone est comprimée dans le compresseur 11 et, pendant la compression, la vapeur est chauffée en considération du travail fourni en comprimant le gaz. Le gaz comprimé traverse l'échangeur de chaleur 12, puis atteint le circuit primaire 13 de l'échangeur de chaleur 8. Dans ce circuit primaire, le gaz comprimé change d'état et forme du dioxyde de carbone liquide. La chaleur tirée du gaz comprimé, lorsqu'il se trouve refroidi à la température de condensation, et ensuite la chaleur latente dégagée, lorsque le dioxyde de carbone change d'état de la phase vapeur à la phase liquide, sont transférées à la solution d'extrait se trouvant dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8. Cela provoque l'ébullition de la solution, le changement d'état du dioxyde de carbone liquide dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 et un dégagement de vapeur de dioxyde de carbone supplémentaire de la solution se trouvant dans le circuit secondaire 7. Le dioxyde de carbone liquide formé dans le circuit primaire 13 de l'échangeur de chaleur 8 gagne le récepteur de liquide 14 où toute vapeur de dioxyde de carbone entraînée avec le dioxyde de carbone liquide est séparée. Le dioxyde de carbone liquide provenant du récepteur de liquide 14 traverse alors une vanne régulatrice de débit 15 et arrive au refroidisseur secondaire 16 où il est refroidi à une température inférieure à sa température d'équilibre, à la pression régnant dans le refroidisseur secondaire 16. On a constaté que, si le dioxyde de carbone liquide est refroidi à une température de 8°C, une extraction particulièrement profitable se réalise dans les chambres 1 et 2. Par conséquent, le détecteur de température 18 contrôle le débit de fluide réfrigérant traversant le refroidisseur secondaire 16 en passant par la vanne régulatrice de débit 17 pour s'assurer que le dioxyde de carbone liquide quitte le refroidisseur secondaire 16 à une température de 8°C. Ce dioxyde de carbone liquide à une température de 8°C est alors recyclé à travers la chambre d'extraction 1 et, de là, à travers le reste du circuit.

Lorsque toute la substance a été extraite du houblon dans la chambre d'extraction 1, les vannes régulatrices de débit 6 et 15 sont fermées et le dioxyde de carbone restant dans la chambre d'extraction 1 est utilisé pour purger l'air hors de la chambre d'extraction 2 et aussi pour mettre partiellement sous pression la chambre d'extraction 2. Les vannes 3 sont alors fermées pour isoler le houblon épuisé dans la chambre d'extraction 1 et les vannes régulatrices de débit 6 et 15 sont à nouveau ouvertes pour permettre à l'extraction de se poursuivre cette fois uniquement à travers le houblon contenu dans la chambre d'extraction 2. Tandis que le houblon de la chambre d'extraction 2 subit l'extraction, le houblon épuisé de la chambre d'extraction 1 est ôté de la chambre 1 et la chambre est remplie à nouveau de houblon frais.

L'échangeur de chaleur 12 est utilisé pour ajuster l'équilibre thermique global. En général, la chaleur nécessaire à la vaporisation du dioxyde de carbone liquide de la solution d'extrait dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 est plus ou moins compensée par la chaleur dégagée par le changement d'état du dioxyde de carbone gazeux dans le circuit primaire 13 en dioxyde de carbone liquide; le refroidisseur secondaire 16 ne faisant approximativement que compenser la chaleur apportée au circuit par le travail effectué sur le gaz dans le compresseur 11. Cependant, selon la température ambiante régnant autour de l'installation et l'efficacité de son isolation thermique, le débit du fluide réfrigérant traversant l'échangeur 12 est utilisé pour absorber l'excès de chaleur du circuit. Le débit du fluide réfrigérant traversant l'échangeur de chaleur 12 est commandé par la vanne régulatrice de débit 19 à partir d'un détecteur de pression sensible à la pression régnant dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8. On a constaté que, si la pression régnant dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 est réglée de manière qu'une température juste supérieure à 10°C règne dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur 8, l'installation fonctionne d'une manière très satisfaisante car l'hydrate de dioxyde de carbone  $\text{CO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  ne se forme pas sur les surfaces échangeuses de chaleur du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur 8 pour freiner le transfert de chaleur entre les circuits primaire et secondaire de l'échangeur de chaleur 8.

Comme le dioxyde de carbone s'évapore du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8, la concentration de la substance extraite du houblon, particulièrement la concentration des acides  $\alpha$  et  $\beta$ , augmente dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur et la concentration des acides  $\alpha$  et  $\beta$  dépasse leur solubilité dans le dioxyde de carbone liquide. Après que ce point de saturation a été atteint, les acides  $\alpha$  et  $\beta$  précipitent hors de la solution et forment une couche mobile séparée à la partie la plus basse du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8. Cette phase distincte contenant les acides  $\alpha$  et  $\beta$  et quelques-unes des huiles de houblon est soutirée du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 en ouvrant la vanne régulatrice de débit 24 pour permettre au produit de quitter le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 par la sortie 23.

L'air qui peut rester enfermé avec le houblon dans les chambres d'extraction 1 ou 2 après l'opération initiale de balayage à l'aide de dioxyde de carbone tend à se rassembler dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8. Cette présence d'air, particulièrement d'oxygène contenu dans l'air, conduit à des modifications par oxydation de la substance extraite du houblon qui altèrent la qualité de l'extrait. En conséquence, les impuretés volatiles contenues dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur sont éliminées par la sortie 21 sous la commande de la vanne régulatrice de débit 22. Cela permet à tout l'air et aux autres impuretés gazeuses d'être éliminés, et cela assure l'obtention d'un extrait de qualité supérieure.

Comme la vapeur de dioxyde de carbone s'évapore du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8, la concentration des huiles de houblon dans le dioxyde de carbone liquide du circuit secondaire 7 augmente. Ces huiles de houblon sont une partie précieuse de la substance extraite du houblon, car elles contiennent une grande proportion des parfums et principes aromatiques du houblon. Une première modification de l'installation décrite sur la fig. 2 permet d'obtenir un autre type d'extrait qui contient un pourcentage plus grand d'huiles de houblon. Cette installation est identique à l'installation selon la fig. 1, excepté le fait que le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 comporte une sortie supplémentaire 27 commandée par une vanne régulatrice de débit 28, et que cette sortie supplémentaire conduit à un évaporateur 29. Le sommet de l'évaporateur est relié à une vanne régulatrice de débit 30 au tuyau 10 et la base de l'évaporateur comporte une sortie 31 commandée par une vanne régulatrice de débit 32.

Le fonctionnement de cette installation modifiée est fondamentalement semblable et un extrait de houblon contenant principalement les acides  $\alpha$  et  $\beta$  est soutiré de la sortie 23 par la vanne régulatrice de

débit 24. Cependant, en plus, le dioxyde de carbone liquide contenant la solution d'extrait est aussi soutiré du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 par la sortie 27 sous la commande de la vanne régulatrice de débit 28. Cette solution est alors évaporée dans l'évaporateur 29 et le dioxyde de carbone éliminé par ébullition est ramené au tuyau 10 et, de là, au compresseur 11 et recyclé à travers l'installation. Le résidu restant dans l'évaporateur 29 est soutiré du fond par la sortie 31 et ce résidu contient un peu d'acides  $\alpha$  et  $\beta$ , mais est riche en huiles de houblon; par exemple, il peut contenir jusqu'à 50% d'huiles de houblon. Les deux extraits différents peuvent être mélangés pour augmenter la proportion d'huiles de houblon du premier, ou bien ce second extrait qui est riche en huiles de houblon peut être employé seul.

Une seconde modification est décrite par la fig. 3, et cette modification permet d'isoler les huiles de houblon de telle manière que le produit de cette installation sera extrait de houblon contenant principalement les acides  $\alpha$  et  $\beta$  associés à environ 10% d'huiles de houblon, ainsi qu'un extrait d'huiles de houblon pur ou une solution concentrée d'huiles de houblon dans le dioxyde de carbone liquide. Dans cette seconde modification, une tour de distillation 33 est montée en parallèle avec le tuyau 10 et des vannes 34, 35 et 36 sont disposées de telle manière que la tour de distillation 33 peut être reliée en série avec la sortie du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur 8 et le compresseur 11. Un autre tuyau 37 et des vannes régulatrices de débit 38 et 39 alimentent la tour de distillation 33 en dioxyde de carbone liquide. Comme la concentration des huiles de houblon dans le dioxyde de carbone du circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 augmente, une valeur est atteinte, pour laquelle les huiles de houblon sont entraînées avec le dioxyde de carbone évaporé. Pour récupérer les huiles de houblon, la vanne 35 est fermée et les vannes 34 et 36 sont ouvertes, le mélange de vapeurs contenant du dioxyde de carbone et des huiles de houblon est envoyé à travers la tour de distillation 33. Du dioxyde de carbone liquide est amené du récepteur de liquide 14 au sommet de la tour de distillation 33 et lave le mélange de vapeurs pour extraire les huiles de houblon de la phase gazeuse. Le dioxyde de carbone est alors éliminé par ébullition du fond de la tour de distillation 33 pour laisser un produit qui consiste exclusivement en huiles de houblon ou en solution concentrée d'huiles de houblon dans le dioxyde de carbone liquide. Les huiles de houblon peuvent être injectées dans de la bière déjà brassée pour améliorer son parfum et son bouquet et, lorsque la bière est sur le point d'être soumise à une étape finale de saturation au dioxyde de carbone, il est préférable d'injecter les huiles de houblon dans de la bière brassée sous forme de solution dans le dioxyde de carbone

liquide. La quantité d'huiles de houblon entraînées dans la phase gazeuse du dioxyde de carbone quittant le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur 8 peut être augmentée en faisant fonctionner l'installation de telle manière que le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur 8 soit à une température proche de la température critique du dioxyde de carbone qui est environ 31°C. La raison en est que l'entraînement des huiles de houblon dépend de la solubilité relative des huiles de houblon dans les phases liquide et gazeuse du dioxyde de carbone, et la solubilité des huiles de houblon dans la vapeur de dioxyde de carbone à une température légèrement supérieure à la température critique est pratiquement la même que la solubilité des huiles de houblon dans le dioxyde de carbone liquide juste au-dessous de la température critique.

Dans une modification décrite dans la fig. 4, un solvant est injecté dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8. Une fois encore, l'installation est, de manière générale, semblable à l'installation selon la fig. 1, excepté le fait que le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 comporte une entrée supplémentaire 40 commandée par une vanne régulatrice de débit 41 et qu'un réservoir 42 contenant le solvant est relié à la vanne 41 par une pompe 43. Le solvant préféré est l'éthanol, et l'injection d'éthanol dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur joue d'abord le rôle d'antigel et empêche ainsi l'hydrate solide de dioxyde de carbone  $\text{CO}_2, 8\text{H}_2\text{O}$  de se former et de se déposer sur les parois du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur, ce qui permet à la température du circuit secondaire de l'échangeur de chaleur d'être inférieure à 10°C. De plus, si une quantité plus importante d'éthanol est injectée dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur, l'éthanol homogénéisera les deux phases distinctes contenues dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur pour former une phase unique et ensuite cette phase unique pourra être soutirée, et le dioxyde de carbone évaporé de cette phase unique. Après évaporation du dioxyde de carbone, il restera un extrait qui aura la forme d'une teinture d'extrait de houblon dans l'éthanol. Le rapport des quantités de principes amers et d'huiles de houblon de l'extrait résultant contenu dans cette teinture sera le même que le rapport des quantités de principes amers et d'huiles de houblon contenus dans le houblon. La modification décrite dans la fig. 4 peut également être associée aux modifications décrites dans les fig. 2 et 3, et alors l'addition d'un constituant supplémentaire dans le circuit secondaire de l'échangeur de chaleur 8 peut être utilisée pour modifier la volatilité des constituants contenus dans le circuit secondaire 7 de l'échangeur de chaleur 8 et, de cette manière, augmenter ou diminuer l'entraînement des constituants particuliers de la phase liquide à la phase gazeuse.

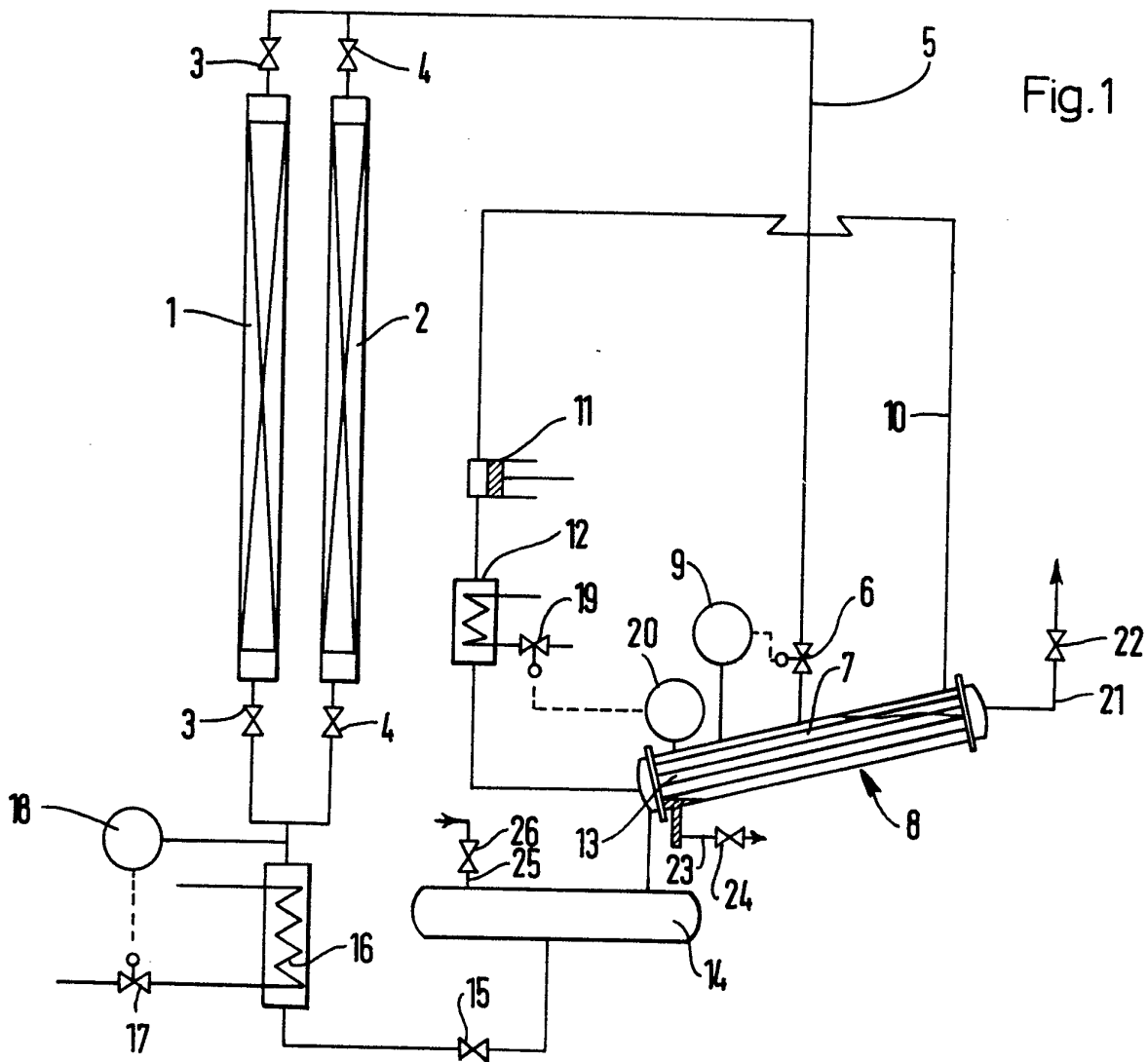


Fig.1

Fig. 2

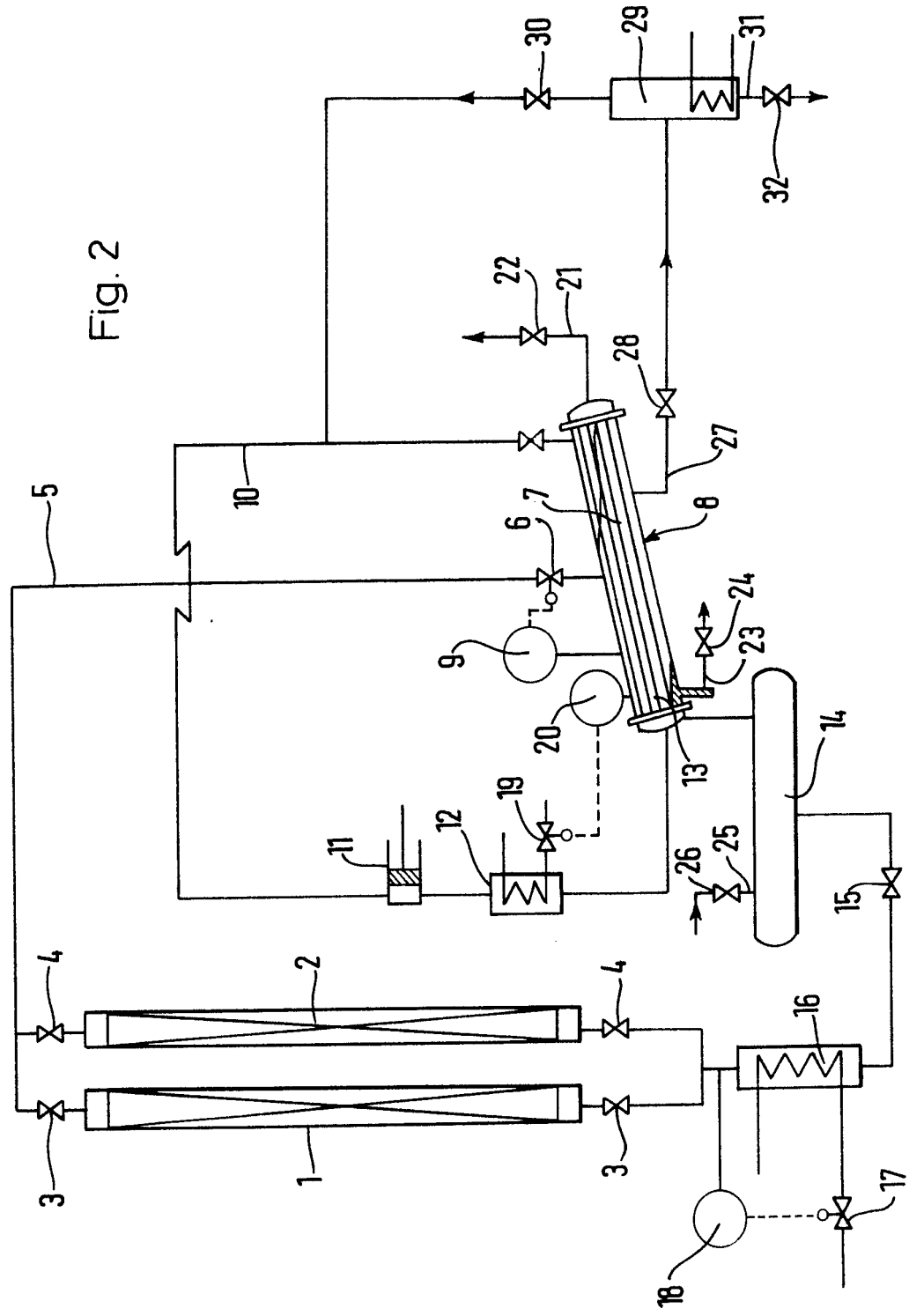




Fig. 4

