

ROYAUME DE BELGIQUE**SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE****Office de la Propriété intellectuelle****NUMERO DE PUBLICATION : 1018221A3****NUMERO DE DEPOT : 2008/0401****Classif. Internat. : C11B****Date de délivrance le : 06 Juillet 2010****Le Ministre pour l'entreprise,**

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 17 Juillet 2008 à 13H30 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:

**ARTICLE 1.- Il est délivré à : CRYSTALLISATION & DEGUMMING SPRL
Terre l'Oreye 21, B-6032 CHARLEROI(BELGIQUE)**

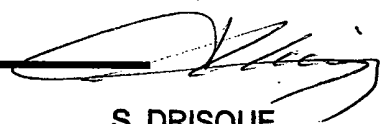
**représenté(e)(s) par : COLENS Alain, OFFICE HANSENS COLENS, Square Marie-Louise,
40 Bte 19 - B 1000 BRUXELLES.**

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE CRISTALLISATION CONTINU AVEC ENSEMENCEMENT POUR CORPS GRAS.

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

**Bruxelles, le 06 Juillet 2010
PAR DELEGATION SPECIALE :**


DRISQUE S.
Conseiller
S. DRISQUE
Conseiller**.be**

PROCEDE DE CRISTALLISATION CONTINU AVEC ENSEMENCEMENT
POUR CORPS GRAS.

5

DOMAINE DE L'INVENTION

La cristallisation fractionnée des corps gras
10 a pour objectif de cristalliser une graisse pour en
séparer une fraction solide riche en triglycérides (TG)
saturés appelée stéarine d'une fraction liquide à bas
point de fusion appelée oléine. La cristallisation
fractionnée, appelée plus généralement fractionnement à
15 sec c'est-à-dire sans solvant ou additif est une
technologie couramment utilisée pour les graisses de
palme, de beurre et animales, les huiles partiellement
hydrogénées, huile de poisson et bien d'autres. Pour le
fractionnement à sec par exemple, la graisse de palme,
20 semi-solide dans les pays tropicaux, est séparée en deux
nouvelles fractions de plus grande valeur ajoutée que la
graisse de départ : la stéarine utilisée en margarine et
l'oléine utilisée comme huile de table et de friture.
Dans le cas de la graisse de beurre, grâce au
25 fractionnement à sec, il est possible de produire des
stéarines ayant la même texture toute l'année
indépendamment de la variation saisonnière de la matière
grasse de départ et même de produire des beurres
frigotartinables.

30

De façon générale, la graisse est complètement
fondue et chauffée pour éliminer tous les cristaux et
l'effet mémoire des cristaux. La graisse fondue est

refroidie sous agitation et refroidissement contrôlé pour générer les premiers germes à partir des triglycérides à haut point de fusion. Ces semences grossissent pour former les cristaux de taille requise. Lorsque la

5 cristallisation a progressé suffisamment pour permettre aux cristaux de grossir et de s'agglomérer, la suspension de cristaux ou stéarine est séparée de la partie liquide, l'oléine.

10 Traditionnellement, la séparation se faisait à l'aide d'un filtre sous vide, par exemples le filtre à tambour rotatif ou le filtre à bande continue, mais plus généralement à l'aide d'un filtre à membrane où après

15 filtration sous pression, chaque gâteau de stéarine est compressé à l'aide d'un gaz ou d'un liquide. Ces derniers filtres, bien que discontinus par rapport aux filtres sous vide, offrent un meilleur rendement en oléine. D'autres moyens de séparation existent comme les super-décanteurs, les centrifugeuses.

20

En pratique, le fractionnement à sec est compliqué du fait que la formation des semences dépend de la présence de particules étrangères, des impuretés, de la température, de la super saturation de la graisse, de

25 l'agitation, de la composition triglycéridique, la qualité de la matière première si elle a été pré-raffinée ou raffinée complètement. La croissance des cristaux dépend du nombre de semences présentes et du degré de supersaturation de la graisse. Finalement la croissance

30 des cristaux dépend aussi du polymorphisme (propriété qu'ont les triglycérides de cristalliser sous différentes formes cristallines de propriété physique différente) et de l'intersolubilité ou formation de cristaux mixtes.

Compte tenu de tous ces points, actuellement, le fractionnement à sec industriel est réalisé en batch, dans d'énormes cuves munies d'agitateurs et de différents systèmes de refroidissement car le procédé en batch permet un contrôle plus aisé des paramètres importants de la cristallisation, à savoir le contrôle de la température, de la super-saturation de la matière grasse, de la vitesse de refroidissement, de l'agitation, du temps de cristallisation.

Il n'en reste pas moins que cette technique en batch est lente : elle nécessite de garder la matière grasse pendant plusieurs heures, en moyenne 8 à 10 heures, dans des cuves de 5 à 90 tonnes car la formation des germes, étape-clef de la réussite de la cristallisation nécessite beaucoup de temps. Actuellement la graisse de palme atteint une production mondiale annuelle de 40 millions de tonnes et dont une grande partie est valorisée par le fractionnement à sec. Il en résulte que les installations industrielles sont de plus en plus grandes et plus coûteuses.

La nucléation ou formation de germes est l'étape la plus critique de toute la cristallisation. Afin de créer les premiers germes à partir des TG à haut point de fusion, la température de la masse fondue est abaissée en dessous de son point de fusion. Comme la vitesse de nucléation augmente proportionnellement à l'abaissement de la température de la masse fondue, il en résulte par conséquent que les cristaux formés sont de plus en plus petits avec une forte augmentation de la viscosité de la suspension. D'où afin d'obtenir des cristaux d'une taille

suffisante pour une bonne séparation, on doit limiter la quantité de germes formés et par conséquent diminuer la vitesse de nucléation. Industriellement cette opération est réalisée par un refroidissement lent et une agitation douce qui est l'étape la plus longue de la cristallisation.

ART ANTERIEUR

10 La présente invention propose un procédé pour cristalliser la matière grasse en utilisant un rayonnement ultrasonique pour la génération contrôlée de germes cristallins.

15 Les ultrasons ont déjà été utilisés pour la cristallisation de produits chimiques et en particulier des corps gras (Crystallization process using ultrasound October 7, 2003 ; US Patent 6630185).

20 La cristallisation en continu a aussi été testée industriellement (Société Bernardini -Italie) dans les années 80 mais n'a pas réussi faute d'une étape de nucléation ou ensemencement adéquate, elle entraînait une nucléation spontanée conduisant à une formation de germes sur les parois, les agitateurs et les tuyauteries.

 Plus récemment Hartel (Continuous crystallization system with controlled nucleation for milk fat fractionation, October 31, 2000. PCT WO 30 98/51753) a décrit un système de cristallisation continu pour l'huile de beurre avec contrôle de la nucléation. L'étape de nucléation consiste à supersaturer le flux d'huile et à le faire passer dans un petit réacteur muni

d'un agitateur à grande vitesse pour créer les semences. Bien que décrit à l'échelle pilote, un tel système est difficile à mettre en œuvre industriellement car tout repose sur l'impact ou l'énergie apportée par l'agitateur
5 en fonction de la graisse qui est un produit naturel et dont le comportement peut varier d'une huile à l'autre.

DESCRIPTION DETAILLE DE L'INVENTION

10 Selon le procédé de ma présente invention on applique un ensemencement contrôlé en continu permettant ainsi de réduire considérablement le temps nécessaire à l'étape de formation des germes. Les installations de fractionnement étant plus compactes, le coût d'investissement est
15 beaucoup plus faible.

Le procédé de cristallisation en continu des huiles/grasses comporte les étapes successives :

- fusion complète de la matière grasse, par exemple au
20 dessus de 70°C,
- refroidissement de celle-ci à une température de supersaturation, dans un cristalliseur ou échangeur,
- ensemencement en continu d'un flux de graisse liquide dans un petit réacteur ou une tuyauterie, soumis à
25 l'action d'un émetteur ultrasons d'une puissance de 20 à 100W et une fréquence de 16 à 100 KHz, d'un débit de 0 à 100 litres/heure pour l'unité pilote et de 100 litres à 50 m³ / heure pour des unités industrielles.
- transfert en continu de la matière grasse dans un
30 arrangement présentant une température décroissante.

La température décroissante est avantageusement décroissante par palier, par exemple de 3 à 7°C et le

temps de résidence dans un cristalliseur est typiquement de 30 à 60 min.

- L'arrangement peut être constitué par de petits
- 5 cristalliseurs placés en série et munis d'agitateurs et éléments de refroidissement. L'arrangement peut aussi être constitué par un seul cristalliseur comportant des paliers de température décroissants.
- 10 Dans un mode de réalisation, la matière grasseensemencée est transférée par gravité dans les petits cristalliseurs placés en série. Les petits cristalliseurs peuvent être des récipients verticaux munis d'un agitateur à pales, d'un ou plusieurs serpentins et éventuellement d'une
- 15 jaquette, ou encore des récipients verticaux munis d'un agitateur concentrique muni d'une série de tubes en U servant à agiter et refroidir en même temps.
- 20
- Selon l'invention, d'une façon générale, la graisse est chauffée, pré-refroidie via un économiseur, puis
- 25 refroidie à l'aide d'échangeurs en continu, jusqu'à son point critique de surfusion ou supersaturation, soumise à une induction ultrasonique de façon à générer en continu les germes cristallins.
- 30 La matièreensemencée est soit refroidie de façon contrôlée et en continu dans des échangeurs tubulaires à agitation statique soit dans une série de petits

cristalliseurs munis d'agitateurs et d'un refroidissement adapté à chaque étape.

Dans la présente invention, la sononucléation
5 appliquée dans la zone métastable à un plus faible taux de supersaturation réduit considérablement le temps d'induction et conduit à des cristaux dont la taille finale peut être parfaitement contrôlée et à une meilleure sélectivité.

10

Dans la présente invention, l'étape de
nucléation est en effet beaucoup plus aisée car on peut contrôler avec précision la fréquence, l'intensité, les
15 temps d'induction, la température d'induction et par voie de conséquence générer instantanément la quantité de germes nécessaire.

L'invention sera davantage comprise à l'examen de la
FIG.1 présentée à titre d'exemple uniquement dans
20 laquelle on représente schématiquement le procédé de l'invention.

En 1 on distingue la cuve de stockage avec son système de chauffage

En 2 pompe d'alimentation

25 En 3 refroidisseur tubulaire avec mélangeur statique

En 4 cellule ultra sons

En 5, 6 et 7 cristalliseur muni d'une jaquette et agitateur à pales

En 8 pompe d'alimentation du filtre à membrane ou
30 séparateur

L'invention sera également davantage comprise à l'examen des exemples de réalisation non-limitatifs qui suivent

EXEMPLE 1.

Cristallisation en continu d'une huile de beurre anhydre
après ensemencement en continu à l'aide d'un émetteur à
5 ultrasons.

La graisse a été fondue et maintenue au moins une heure à
70°C. Elle a été ensuite pompée et refroidie de 70 à 32°C
et traitée en continu à un débit de 3 litres à l'heure, à
10 32°C par des ultrasons (26 KHz et 50 watt) durant toute
la durée du transfert vers une série de petits
cristalliseurs mis en série. Chaque petit cristalliseur
est équipé d'une double enveloppe ou serpentins ou
plaques gaufrées et d'un agitateur à pales multiples ou
15 encore d'un agitateur comprenant un set de tubes en U
allant de haut en bas du cristalliseur et permettant de
refroidir et agiter en même temps. La masse ensemencée
séjourne 45 min dans le premier cristalliseur dont la
température est maintenue à 28°C. La masse cristalline
20 est ensuite transférée en continu par gravité du premier
cristalliseur vers le deuxième cristalliseur maintenu à
une température inférieure de 5°C. La masse cristalline
peut également être transférée à l'aide d'une pompe
positive. Après un temps de séjour de 45 min, celle-ci
25 est transférée par gravité dans un 3ème cristalliseur
dont la température est maintenue à 18°C. La masse
cristalline est filtrée après un temps de séjour de 40
min. L'huile de beurre est entièrement cristallisée après
un cycle total de refroidissement de 130 à 150 min. Après
30 filtration sur filtre presse à membrane, on obtient une
oléine de pt. de goutte de 21°C avec 82% de rendement et
une stéarine de 42,5°C de pt. de goutte.

EXEMPLE 2.

- 5 L'huile de palme raffinée traitée de la même façon que l'huile de beurre donne après filtration sur filtre presse à membrane une oléine de 58 indice d'iode avec un rendement de 82% et une stéarine de 32 I.I. et 52,4 °c de point de goutte.

Revendications

5

1. Procédé de cristallisation en continu des huiles/grasses comportant les étapes successives :

- fusion complète de la matière grasse,
- 10 - refroidissement de celle-ci à une température de supersaturation, dans un cristalliseur ou échangeur,
- ensemencement en continu d'un flux de graisse liquide dans un petit réacteur ou une tuyauterie, soumis à l'action d'un émetteur ultrasons,
- 15 - transfert en continu de la matière grasse dans un arrangement présentant une température décroissante.

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel la température décroissante est décroissante par palier.

20

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel l'arrangement est constitué par de petits cristalliseurs placés en série et munis d'agitateurs et éléments de refroidissement.

25

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel l'arrangement est constitué par un seul cristalliseur comportant des paliers de température décroissants.

30

5. Procédé selon la revendication 2 dans lequel le décrétement est de 3 à 7°C.

6. Procédé selon la revendication 3 dans lequel le temps de résidence dans un cristalliseur varie de 30 à 60 minutes.

5 7. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 1 à 6 où la fréquence ultrasonique est de 16 à 100 KHz avec une zone préférentielle de 20 à 40 KHz.

8. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 1
10 à 7 où la puissance du signal ultrason sera de 10 à 3000 W, de préférence de 20 à 50 W.

9. Procédé selon la revendication 1 où l'émetteur ultrason est placé en ligne sur une tuyauterie.

15

10. Procédé n'importe laquelle des revendications précédente dans lequel la graisse est préalablement fondue et chauffée à minimum 70°C.

20 11. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 1 à 10 où la matière grasse est refroidie de préférence rapidement jusqu'à sa zone de supersaturation de 25 à 35°C.

25 12. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 1 à 11 où la matière grasse est une huile de palme, de graisse de beurre, de palmiste, une huile de poisson, des huiles végétales partiellement hydrogénées, graisse de cacao ou toute autre graisse animale/végétale et toute
30 fraction provenant des graisses mentionnées.

13. Procédé selon n'importe laquelle des revendications précédentes dans lequel la matière grasse est refroidie

entre 5 et 60 min min jusqu'à sa zone de supersaturation.

14. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 3
5 à 13 dans lequel la matière grasseensemencée est transférée par gravité dans les petits cristalliseurs placés en série.

15. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 3
10 à 14 dans lequel les petits cristalliseurs sont des récipients verticaux munis d'un agitateur à pales, d'un ou plusieurs serpentins et éventuellement d'une jaquette.

15 16 . Procédé selon n'importe laquelle des revendications 3 à 14 dans lequel les petits cristalliseurs sont des récipients verticaux munis d'un agitateur concentrique muni d'une série de tubes en U servant à agiter et refroidir en même temps.

20

17. Procédé selon la revendication 1 où la matière grasseensemencée est refroidie en continu dans des échangeurs tubulaires à agitation statique et munis d'une jaquette.

25 18. Procédé selon n'importe laquelle des revendications précédentes dans lequel le flux est de 0 à 100 litres par heure.

19. Procédé selon n'importe laquelle des revendications
30 précédentes dans lequel le flux est de 100 litres à 50 m³ par heure.

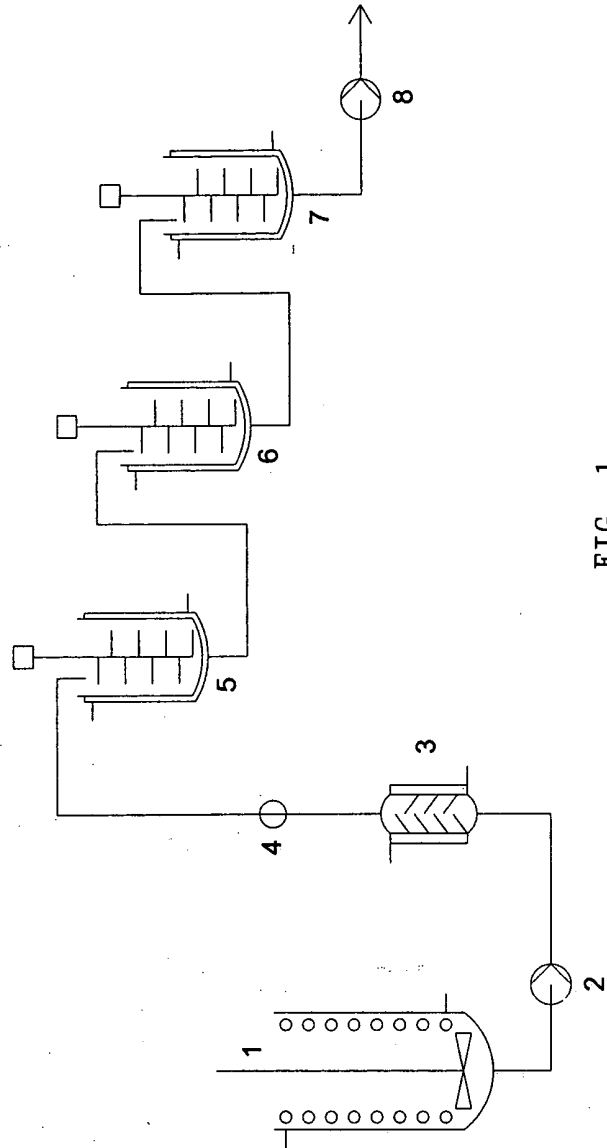


FIG. 1

ABREGE

5

PROCEDE DE CRISTALLISATION CONTINU AVEC ENSEMENCEMENT
POUR CORPS GRAS.

- 10 L'invention concerne un procédé de cristallisation en continu des huiles/grasses comportant les étapes successives de fusion complète de la matière grasse; refroidissement de celle-ci à une température de supersaturation dans un cristalliseur ou échangeur;
- 15 ensemencement en continu d'un flux de graisse liquide dans un petit réacteur ou une tuyauterie, soumis à l'action d'un émetteur ultrasons de 20 à 50 W et d'une fréquence de 20 à 40 KHz. et enfin transfert en continu de la matière grasse dans un arrangement présentant une
- 20 température décroissante par paliers. Les cristalliseurs sont de petits cristalliseurs placés en série et le temps de résidence est de préférence compris entre 30 et 60 min.

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

BO 9540
BE 200800401

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	WO 02/05921 A (UNILEVER NV [NL]; UNILEVER PLC [GB]; LEVER HINDUSTAN LTD [IN]) 24 janvier 2002 (2002-01-24) * page 2, ligne 28 - page 4, ligne 11 * * page 7, ligne 5-21; exemples 1-4 *	1-19	INV. C11B7/00 C11B15/00
X	EP 0 765 605 A (KRAFT JACOBS SUCHARD R & D INC [US]) 2 avril 1997 (1997-04-02) * page 5, ligne 14 - page 6, ligne 40; revendications 1-27; exemples 1-3 *	1-19	
D,A	WO 98/51753 A (WISCONSIN ALUMNI RES FOUND [US]) 19 novembre 1998 (1998-11-19) * le document en entier *		
A	WO 99/42545 A (CRYSTALLISATION & DEGUMMING SP [BE]; DEFFENSE ETIENNE [BE]) 26 août 1999 (1999-08-26) * le document en entier *		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			C11B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 mars 2009		Adechy, Miriam	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BO 9540
BE 200800401

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

05-03-2009

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 0205921	A	24-01-2002	AU 7974001 A	30-01-2002
			CA 2427623 A1	24-01-2002
			CZ 20031463 A3	14-01-2004
			HU 0303707 A2	29-03-2004
			PL 363512 A1	29-11-2004
			SK 7392003 A3	07-10-2003
			US 2002031577 A1	14-03-2002
EP 0765605	A	02-04-1997	AT 216563 T	15-05-2002
			DE 69526502 D1	29-05-2002
			DE 69526502 T2	21-11-2002
WO 9851753	A	19-11-1998	AU 742221 B2	20-12-2001
			AU 7684898 A	08-12-1998
			EP 0985005 A1	15-03-2000
			NZ 500294 A	27-07-2001
WO 9942545	A	26-08-1999	EP 1056820 A1	06-12-2000

Concernant le point V

Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1) Documents cités

D1: WO 02/05921 A

D2: EP-A-0 765 605

D3: WO 98/51753 A

D4: WO 99/42545 A

2) Nouveauté et activité inventive

L'objet revendiqué n'est pas considéré comme nouveau étant donné que D1 divulgue un procédé continu de cristallisation de graisses comprenant la fusion des matières grasses, le refroidissement de celle-ci (il est en outre indiqué que l'état de supersaturation est préférable), l'application d'ultrasons pour provoquer la cristallisation des graisses et leur filtration après refroidissement.

L'objet des revendications 1 et 12 n'est pas considéré comme nouveau.

Le problème que se propose de résoudre la présente demande consiste à améliorer la cristallisation d'huile et graisses au moyen d'ultrasons. Ce problème et sa solution ont déjà été suggérés par D1 et D2.

D2 divulgue également un procédé de cristallisation des matières grasses en continu par une étape de fusion des graisses, de refroidissement (par "undercooling") ainsi que l'application d'énergie ultrason.

Les revendications dépendantes spécifiant des données de température, de temps, de puissance etc... ne semblent comprendre que des caractéristiques conventionnelles et donc se semblent pas résoudre un problème technique par rapport à D1 et D2.