

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : **2 646 372**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **90 05344**

(51) Int Cl⁵ : B 27 K 7/00.

(12) **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

(22) Date de dépôt : 26 avril 1990.

(30) Priorité : JP, 26 avril 1989, n° 1-106781.

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 44 du 2 novembre 1990.

(60) Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

(71) Demandeur(s) : Société dite : **SUNTORY LIMITED.** —
JP.

(72) Inventeur(s) : Ichiro Konishi ; Ryoichi Tajima ; Tetsuo
Tsutsumi.

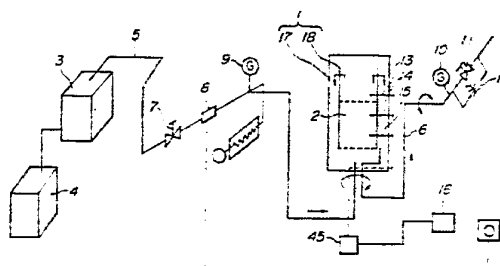
(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Cabinet Beau de Loménie.

(54) Procédé et appareillage pour la désodorisation du liège.

(57) L'invention a pour objet un procédé et un appareillage
pour la désodorisation du liège par application d'un traitement
de distillation par entraînement à la vapeur pour éliminer les
substances à l'origine d'une odeur désagréable contenues dans
le liège.

Le procédé selon l'invention comprend une première étape
consistant à placer le liège 2 dans un récipient 1, une seconde
étape d'alimentation en vapeur produite dans un générateur de
vapeur 4 dans le récipient 1 et une troisième étape d'évacua-
tion du récipient de la vapeur avec la substance à l'origine de
l'odeur désagréable.



FR 2 646 372 - A1

D

La présente invention concerne l'élimination d'odeurs désagréables du liège. Plus particulièrement, la présente invention concerne l'élimination du 2,4,6-trichloroanisole (TCA) qui a une odeur caractéristique.

05 Le liège possède des caractéristiques uniques. Il est léger et il a un degré élevé de résilience. En outre, il a d'excellentes propriétés d'étanchéité aux gaz et aux liquides et il est stable vis-à-vis des solvants comme l'alcool. En outre, c'est un matériau hygiénique pour la protection des aliments et sans danger
10 pour les êtres humains et qui n'a pas d'odeur propre.

A cause des caractéristiques citées ci-dessus, le liège a été largement utilisé comme bouchons pour des récipients comme des bouteilles remplies d'un liquide comme le vin, l'eau-de-vie ou le whisky, ou des récipients remplis avec divers types d'aliments.

15 Cependant, bien qu'il n'ait pas d'odeur propre, on rencontre à de rares occasions une odeur désagréable dans les bouchons de liège. Cette odeur altère, lorsqu'elle est présente, la qualité du contenu des bouteilles ou récipients à bouchon de liège. On a récemment identifié par diverses études le
20 2,4,6-trichloroanisole (TCA) comme la substance qui produit l'odeur désagréable. Le TCA est considéré comme la substance produite par des moisissures à partir du 2,4,6-trichlorophénol (TCP) qui est utilisé dans des agents utilisés de manière classique pour pulvériser le chêne-liège. Egalement, dans "Journal
25 of Agricultural and Food Chemistry", (1982) pages 359 à 362, on suppose que le 2,4,6-trichlorophénol et d'autres composés chlorés voisins sont produits par la chloration d'une substance voisine du liquide pendant le blanchiment au chlore utilisé dans le traitement du liège et que ces composés sont ensuite extraits dans
30 le liquide comme le vin. Dans "Science des Aliments" (1984), pages 81 à 93, on considère de manière semblable que l'agent de chloration est la source de la substance produisant l'odeur. Dans la discussion, on a indiqué que le 2,4,6-trichloroanisole est dérivé du pentachlorophénol ou d'autres pesticides chlorés
35 appliqués à l'arbre. On considère en outre que le liège et les bouchons stockés dans une atmosphère polluée par des chloroanisoles

peuvent contaminer le vin en bouteilles vieilli dans des caves saines.

On a étudié des procédés pour la désodorisation efficace du liège et on a essayé les procédés suivants.

05

(1) Désodorisation par chauffage à sec.

Le liège est chauffé et séché à 80°C pendant 6 à 8 h, après quoi les substances produisant l'odeur désagréable sont pratiquement évaporées. Cependant, le TCA est adsorbé spécifiquement
10 par les composés macromoléculaires qui forment le liège comme la cellulose, la lignine et la subérine et il est difficile de séparer le TCA à l'état sec. Le point d'ébullition du TCA est de 240°C sous 80,9 kPa (738,2 mmHg) et de 132°C sous 3,75 kPa (28 mmHg). Donc, pour évaporer le TCA, on doit appliquer une température de chauffage
15 qui est supérieure au point d'ébullition du TCA. Cependant, il est difficile d'élever la température intérieure du liège sans chauffer trop fortement la surface, ce qui entraîne une détérioration des caractéristiques souhaitables du liège. Comme ce chauffage est appliqué seulement à la surface du liège, le TCA ne peut donc
20 pas être éliminé totalement à l'intérieur.

(2) Désodorisation par chauffages répétés.

Le liège est chauffé à 80°C pendant 6 h et ensuite on le laisse à la température ambiante pendant environ 1 mois. Le TCA
25 peut être éliminé en répétant plusieurs fois ce traitement. Cependant, ce procédé exige de longues durées de traitement jusqu'à ce que le TCA soit totalement éliminé, en conséquence le rendement de production est faible (2 ou 3 répétitions du traitement ci-dessus ne suffisent pas pour éliminer entièrement le TCA).

30

(3) Désodorisation par l'acide citrique.

Le liège est désodorisé par lavage pendant 3 à 5 min avec une solution à 3 % en volume d'acide citrique. Cependant, les effets de cette technique de désodorisation ne sont conservés que
35 pendant une courte durée. En effet, comme le liège résiste à l'absorption des liquides, la solution d'acide citrique ne peut pas

atteindre l'intérieur du liège. En conséquence, le traitement de désodorisation n'agit que sur la surface du liège, le TCA non traité à l'intérieur du liège se déplace vers la surface au cours du temps et l'odeur désagréable se produit à nouveau.

05

(4) Désodorisation par un bain d'oxydant.

Le liège est désodorisé et stérilisé par lavage dans une solution à 1 % en volume de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2). Cependant, on rencontre des problèmes semblables à ceux de la désodorisation par l'acide citrique.

10

(5) Désodorisation par les vapeurs d'alcool.

Le liège est abandonné et désodorisé en atmosphère d'alcool à 18-24°C pendant 1 mois. Cependant, ce procédé rencontre les mêmes problèmes que les procédés (3) et (4).

15

(6) Lavage à l'eau chaude.

Le liège à l'état de grains est lavé à l'eau chaude à une température de 60°C. Il est nécessaire de répéter deux fois le traitement. Mais, comme le TCA a une affinité relativement forte pour le liège, il se déplace et il est retenu dans les portions intérieures du liège. Selon ce procédé, en conséquence, l'effet de désodorisation est encore insuffisant parce que le traitement n'agit que sur la surface du liège.

20

(7) Extraction au Soxhlet.

Le TCA contenu dans le liège est extrait dans un Soxhlet à 45°C pendant 24 h avec le n-pentane. Par ce procédé, le TCA est entièrement éliminé à la fois de la surface et de l'intérieur du liège. Cependant, l'appareillage est très coûteux et les coûts de production deviennent très élevés. En outre, on rencontre dans ce procédé un certain degré de danger.

30

(8) Dispersion.

Il a été envisagé de broyer simplement le liège en grains d'un certain diamètre et de le remettre ensuite dans la forme

35

désirée en le pressant avec des adhésifs. Cependant, le TCA est simplement dispersé dans chaque grain et l'on ne peut s'attendre par cette tentative à un grand perfectionnement.

05 (9) Stérilisation par irradiation.

"Deutsche Lebensmittel-Rundschau" (1984) pages 204-207, concerne la stérilisation par irradiation. On a discuté le mécanisme d'altération du liège dans les vins. On a proposé d'utiliser un procédé d'irradiation pour éviter la conversion microbienne du TCP en TCA et éviter ainsi l'altération du liège. Cependant, ce
10 procédé ne peut pas éliminer le TCA contenu dans la structure interne du liège.

(10) Stérilisation par l'ozone.

15 La première publication de brevet de la RFA n° 34 05 422 décrit la stérilisation du liège par l'eau ozonisée ou par une émulsion de silicone ozonisée dans laquelle la concentration d'ozone est de ≥ 1 mg/l à une température inférieure à 30°C.

Cependant, ce procédé rencontre les mêmes problèmes que
20 les procédés (3) et (4).

La présente invention a donc principalement pour objet de proposer un procédé pour la désodorisation du liège en éliminant de l'intérieur du liège les substances produisant des odeurs désagréables, principalement le TCA.

25 Un autre objet de la présente invention est de proposer un procédé pour la désodorisation du liège sans détérioration des caractéristiques uniques du liège.

Un autre objet de la présente invention est de proposer un appareillage pour désodoriser le liège de manière simple et bon
30 marché.

Selon un aspect de l'invention, un procédé pour la désodorisation du liège comprend l'application au liège de l'entraînement à la vapeur pour éliminer une substance produisant une odeur désagréable dans le liège, la température et la pression de la
35 vapeur pour le traitement de désodorisation étant choisies de

manière à faire pénétrer les molécules de vapeur dans la structure interne du liège.

Selon un autre aspect de l'invention, un procédé pour éliminer une substance produisant une odeur désagréable dans le liège comprend les étapes suivantes :

une première étape consistant à placer le liège dans un récipient,

une seconde étape de fourniture de vapeur dans le récipient pour produire un courant de vapeur à une température et sous une pression données, la température et la pression étant choisies pour faire pénétrer les molécules de vapeur dans la structure interne du liège et provoquer l'entraînement à la vapeur à l'intérieur de la structure interne du liège,

une troisième étape consistant à évacuer du récipient la vapeur qui est passée à travers le liège et qui contient la substance qui est à l'origine de l'odeur désagréable,

La substance qui est à l'origine de l'odeur désagréable peut être le 2,4,6-trichlorophénol qui peut être un précurseur du 2,4,6-trichloroanisole.

Le procédé comprend en outre les étapes suivantes :
découpage du liège en morceaux de dimension prédéterminée,

préchauffage du liège coupé à une certaine température et maintien de la température et de la pression pendant la désodorisation.

Dans ce cas, la température de la vapeur est d'au moins 100°C ; la pression du système est d'au moins 1 bar (760 mmHg). Dans le mode de mise en oeuvre préféré, la seconde étape comprend en outre la fourniture de la vapeur pour le liège par le fond du récipient. La seconde étape peut en outre comprendre l'agitation du récipient. Dans ce cas, l'étape d'agitation consiste à faire tourner et/ou osciller le récipient. L'étape d'agitation peut comprendre l'agitation du liège dans le récipient.

Le procédé peut comprendre en outre une étape de refroidissement du liège dans le récipient. L'étape de refroidissement peut comprendre les étapes suivantes :

production d'une atmosphère chaude,
fourniture de l'atmosphère chaude dans l'intérieur du
récipient tout en maintenant la rotation et l'oscillation du réci-
pient.

05 De préférence, la fourniture de l'atmosphère est
effectuée après refroidissement naturel et à un instant où l'effi-
cacité de refroidissement par refroidissement naturel est abaissée.

Selon un autre aspect de l'invention, un appareillage
pour la désodorisation du liège par entraînement à la vapeur com-
prend :

10 un dispositif pour produire un courant de vapeur à une
température et sous une pression données qui sont choisies pour
produire l'entraînement à la vapeur à l'intérieur de la structure
interne du liège pour éliminer une substance à l'origine d'une
15 odeur désagréable contenue dans le liège.

Selon un autre aspect encore de l'invention, un appareil-
lage pour la désodorisation du liège comprend :

un premier dispositif destiné à contenir le liège,
un second dispositif pour fournir de la vapeur d'un géné-
20 rateur de vapeur pour former un courant de vapeur depuis un orifice
d'entrée jusqu'à un orifice de sortie du premier dispositif, la
vapeur dans le courant de vapeur étant maintenue à une température
et sous une pression données choisies pour éliminer du liège une
substance produisant une odeur désagréable,

25 un troisième dispositif pour évacuer par l'orifice de
sortie du premier dispositif la vapeur avec la substance produisant
l'odeur désagréable.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la
description qui va suivre de ses modes de mise en oeuvre préférés
30 en référence aux dessins ci-annexés, dans lesquels :

- la figure 1 est un bloc-diagramme représentant un pro-
cédé pour éliminer les substances produisant des odeurs désa-
gréables selon la présente invention ;

- la figure 2 est une vue en coupe d'un appareillage pour
35 la désodorisation du liège selon la présente invention ;

- la figure 3 représente graphiquement la relation entre la pénétration de la vapeur et la température et la pression de la vapeur ; et

05 - la figure 4 représente graphiquement la relation entre la quantité totale de vapeur fournie et le taux d'élimination du TCA.

La présente invention est réalisée en utilisant une distillation par entraînement à la vapeur classique.

10 Comme il est bien connu, le liège a une propriété de résistance à l'eau empêchant les molécules d'eau de pénétrer dans sa structure interne. En conséquence, bien que l'on sache que le TCA peut être éliminé de la surface du liège par lavage à l'eau, le TCA contenu à l'intérieur ne peut pas être éliminé par l'eau. On sait jusqu'à présent que le TCA possède la caractéristique de
15 pouvoir être entraîné par la vapeur. En outre, il a un point d'ébullition relativement bas à 3,75 kPa (28 mmHg). En conséquence, si les températures de traitement sont réglées à une valeur à laquelle la pression partielle du TCA est de 3,75 kPa, le TCA peut être évaporé à des températures relativement basses. En tenant
20 compte des facteurs cités ci-dessus, les inventeurs ont appris que l'entraînement à la vapeur peut être utilisé efficacement pour la désodorisation du liège. Précédemment, l'entraînement à la vapeur n'avait jamais été appliqué pour la désodorisation du liège. Dans divers essais effectués par les inventeurs, ils ont appris que la
25 température et la pression de la vapeur constituent un facteur très important pour permettre l'entraînement à la vapeur. En particulier, selon l'invention, on rend possible la pénétration de la vapeur dans la structure interne du liège pour chauffer la structure interne de manière à produire l'entraînement à la vapeur dans
30 la structure interne pour éliminer le TCA contenu à l'intérieur du liège.

On considère que les molécules de vapeur d'eau peuvent être excitées pour augmenter la mobilité à une température donnée. Ces molécules de vapeur d'eau à mobilité accrue peuvent pénétrer
35 avec succès dans la structure interne du liège. Les molécules de vapeur qui ont pénétré dans la structure interne du liège chauffent

l'intérieur du liège à la température à laquelle l'entraînement à la vapeur est produit à l'intérieur du liège. Ainsi, le TCA contenu dans la structure interne du liège peut être évaporé.

On peut utiliser n'importe quel type de liège et il n'est pas limité par son domaine d'utilisation ni par sa forme. Par exemple, on peut utiliser les avantages du traitement selon la présente invention avec le liège pour le bouchage de bouteilles pour les bouchons ou capsules de bouteilles de vin, pour l'utilisation en architecture, pour les matériaux d'amortissement des vibrations ou les matériaux d'isolation thermique.

La forme du premier dispositif n'est pas spécialement limitée, mais pour une utilisation efficace de la vapeur, on préfère surtout un récipient de forme longitudinale dont le diamètre est inférieur à la hauteur.

N'importe quel état du liège est acceptable, mais pour favoriser l'efficacité de séparation en homogénéisant la vapeur et le liège, on préfère maintenir le liège agité pendant la fourniture de vapeur dans le premier dispositif. Pour l'agitation, on peut également agiter le récipient lui-même (par exemple par oscillation ou rotation) ou placer un dispositif d'agitation dans le récipient du premier dispositif pour agiter le liège à l'intérieur.

En général, la température de la vapeur doit être d'au moins 100°C et la pression d'au moins 1 bar (760 mmHg) et la quantité de fluide d'au moins 0,1 l pour 1 l de liège. Lorsque la température de la vapeur est inférieure à 100°C, la pression partielle ne peut pas être suffisamment élevée pour provoquer l'entraînement à la vapeur à l'intérieur de la structure interne du liège. Egalement, à une température inférieure à 100°C, la pénétration des molécules de vapeur dans la structure interne du liège peut ne pas être suffisante. Par contre, lorsque la température de la vapeur est supérieure à 130°C, on rencontre des difficultés pour régler la température pendant le processus de refroidissement. Autrement dit, à une température élevée de la vapeur, une quantité importante de vapeur peut pénétrer à l'intérieur de la structure interne. La vapeur qui a pénétré à l'intérieur de la structure interne du liège peut conduire à une contraction du liège lorsqu'il est soumis à la

température atmosphérique, ce qui peut entraîner un refroidissement rapide. Une contraction importante du liège peut dégrader les propriétés du liège. En conséquence, la température doit être maintenue égale ou inférieure à 130°C.

05 La dimension du liège n'est pas spécialement limitée, mais on préfère une dimension plus petite parce que le déplacement du TCA de l'intérieur du liège vers sa surface devient plus facile. Ceci entraîne une élimination efficace du TCA.

10 On notera que la température de traitement, la pression du système, la configuration du récipient, la quantité de liège à traiter et d'autres conditions du traitement par entraînement à la vapeur peuvent être choisies en fonction de l'efficacité et du degré d'élimination du TCA nécessaires.

15 Selon l'entraînement à la vapeur décrit ci-dessus, la pression partielle du TCA peut être réduite par la pression partielle de la vapeur, le point d'ébullition du TCA peut alors être abaissé aux environs de la pression atmosphérique. En conséquence, la détérioration du liège peut être évitée et la désodorisation du liège (élimination du TCA) peut être effectuée de manière suffisante.

20 Un procédé pour l'élimination de l'odeur gênante dans le liège selon la présente invention est décrit en détail en référence aux figures annexées qui représentent le système de traitement pour l'élimination du TCA.

25 Dans la figure 1, on a représenté un bloc-diagramme représentant le procédé pour éliminer l'odeur gênante selon la présente invention. Une quantité donnée de liège 2 découpé à une dimension prédéterminée est placée dans un récipient de traitement 1. L'eau purifiée fournie par un générateur d'eau purifiée 4 est fournie à un générateur de vapeur 3. Ensuite, après production de la vapeur dans le générateur 3, elle est fournie au récipient 1 par une conduite d'alimentation de vapeur 5. Le traitement du liège 2 par entraînement à la vapeur est effectué dans le récipient 1, ensuite la vapeur est déchargée du récipient 1 à l'extérieur du système par une conduite de sortie de vapeur 6. L'alimentation en

30

35 vapeur est réglée par une vanne d'alimentation 7, un débitmètre 8,

des manomètres 9 et 10, une vanne de sortie 11 et une vanne de régulation de débit 12. Des palpeurs de température 13, 14 et 15 sont placés dans les orifices supérieur, moyen et inférieur du récipient 1, respectivement. La température dans le récipient 1 est
05 contrôlée au moyen de ces palpeurs par un système de contrôle 16, la température est alors réglée à la valeur prédéterminée constante.

Le récipient 1 comporte un récipient extérieur 17 et un récipient intérieur 18 écarté du récipient extérieur 17 à un inter-
10 valle constant comme indiqué à la figure 2. Il peut avoir la forme d'une bouteille cylindrique. De cette manière, le récipient 1 a la forme d'un récipient résistant à la pression ayant une structure à double paroi. Cette structure permet d'introduire la vapeur dans l'espace entre la paroi extérieure et la paroi intérieure après son
15 passage à travers le liège 2. En conséquence, la vapeur dans l'espace où elle s'écoule après passage à travers le liège sert à maintenir la température du récipient à la température de traitement désirée et ainsi à réduire la perte de chaleur dans la vapeur.

En référence à la figure 2, lorsque l'on place des quan-
20 tités de liège 2 dans le récipient intérieur 18 en ouvrant le couvercle 19, il s'empile sur la plaque de fond 20. La vapeur est pulvérisée dans l'intérieur du récipient 1 à travers plusieurs orifices de vapeur 21 traversant la plaque 20 et traverse le liège empilé 2 de bas en haut.

25 Une conduite d'introduction de vapeur 22 est reliée à l'orifice central du fond du récipient et s'étend de l'extrémité inférieure du récipient extérieur 17 du récipient 1 à l'extérieur du récipient. Le bord inférieur de la conduite d'entrée 22 est relié à la conduite d'alimentation de vapeur 5 via un premier joint
30 rotatif 23. La vapeur est fournie par la conduite d'alimentation 5 à la conduite d'entrée 22 et au récipient intérieur 18 via les pores de pulvérisation de vapeur 21 dans la plaque de fond 20 du récipient 1. Ensuite, la vapeur fournie dans le récipient intérieur 18 s'élève à travers le liège 2 en le chauffant en même temps et
35 elle est déchargée par les orifices de sortie de vapeur 24 qui pénètrent dans la ou les parois latérales dans le haut du récipient

intérieur 18 dans l'espace 25 entre le récipient extérieur 17 et le récipient intérieur 18, une conduite de sortie 26 étant disposée coaxialement autour de la conduite d'entrée de vapeur 22. Ensuite, elle est déchargée de la conduite de sortie de vapeur 6 reliée à la
05 conduite de sortie 26 via un second joint rotatif 27. La pression et le débit de la vapeur peuvent être réglés à des valeurs constantes par la vanne de sortie 11 et la vanne de réglage de débit 12.

L'agitation de la matière dans le récipient 1 est efficace pour homogénéiser la vapeur injectée et le liège 2. Un axe central 28 pour la rotation est disposé autour de la conduite de sortie 26 et supporté en rotation par une portion de fond 30a d'un châssis oscillant 30 en forme de U via un palier 29. Le récipient 1 peut être entraîné en rotation autour de l'axe central par un dispositif d'entraînement en rotation 31 composé d'un moteur, d'une
10 transmission en rotation, d'une transmission en translation et ainsi de suite, installé sur la portion de fond 30a du châssis oscillant 30. De plus, on peut faire osciller le récipient 1 au moyen du châssis oscillant 30. On peut alors agiter suffisamment le
15 liège 2 et la vapeur dans le récipient 1 par rotation et oscillation. Deux arbres de soutien 32 et 33 sont installés sur la surface extérieure de l'extrémité supérieure des portions latérales 30b du châssis oscillant 30. Ces arbres 32, 33 sont soutenus en oscillation par une paire de châssis fixes 36, 37 via des paliers
20 34, 35 pour être mis en oscillation par un dispositif d'entraînement en oscillation 38.

Le dispositif d'entraînement en oscillation 38 se compose d'une roue à vis 39 installée sur l'arbre de soutien 33 et d'un moteur 42 qui fait tourner une vis sans fin 40 via une courroie 41,
30 la vis sans fin 40 étant en prise pour engrener avec les dents de la roue à vis 39. Lorsque le moteur 42 est mis en rotation dans une direction, la vis sans fin 40 et la roue à vis 39 sont mises en rotation dans cet ordre. Cette rotation fait lentement osciller le châssis oscillant 30 dans une direction. D'autre part, lorsque le
35 moteur 42 est mis en rotation dans l'autre direction, il fait

tourner lentement le châssis oscillant 30 dans l'autre direction. De cette manière, on fait osciller le châssis oscillant 30.

Afin de fournir de la vapeur indépendamment de l'oscillation du châssis oscillant 30, la conduite d'alimentation de vapeur 5 est disposée à travers la portion centrale de l'arbre de soutien 33, reliée au châssis oscillant 30 via un troisième joint rotatif 43 et encore reliée au récipient 1 via le premier joint rotatif 23. La conduite de sortie de vapeur 6 est disposée à travers la portion centrale de l'autre arbre de soutien 32, reliée au châssis oscillant 30 via un quatrième joint rotatif 44 et encore reliée au récipient 1 via le second joint rotatif 27.

Une bague collectrice 45 est montée sur le bord de l'arbre central 28 du récipient 1. Les signaux fournis par les palpeurs de température 13, 14 et 15, reliés à la portion extérieure du châssis oscillant 30 via la bague collectrice 45, sont introduits dans un dispositif de contrôle 16 qui est relié à la bague collectrice 45 (comme indiqué à la figure 1) permettant de contrôler efficacement la température dans le récipient.

Des châssis circulaires 46 sont montés au sommet de la portion latérale 30b du châssis oscillant 30. Des galets 47 sont installés dans la surface intérieure des châssis radiaux 46 pour faire tourner doucement le récipient 1 en soutenant la surface extérieure de l'orifice supérieur du récipient 1.

Dans le mode de réalisation représenté, la vitesse de rotation du récipient est déterminée de préférence à au moins 10 tr/min et l'angle d'inclinaison à $\pm 60^\circ$, bien qu'ils dépendent de conditions telles que la quantité traitée et la dimension du liège. L'angle d'inclinaison du récipient n'est pas strictement limité à $\pm 60^\circ$, mais il peut être choisi de n'importe quelle manière. En général, l'angle d'inclinaison du récipient peut être déterminé en fonction du degré de chargement du liège dans l'espace intérieur du récipient. Autrement dit, l'angle d'inclinaison est choisi de manière que le liège puisse être distribué dans toute la zone du trajet de la vapeur, de sorte que la vapeur ne puisse pas s'échapper sans entrer en contact avec le liège. De manière semblable, en cas de rotation ou d'agitation, on doit veiller à ce

que la vapeur ne puisse pas s'échapper. En conséquence, la vitesse d'entraînement en rotation et en agitation peut être déterminée en fonction de la quantité de liège remplissant le récipient.

05 En outre, il n'y a pas de problème à effectuer le traitement par entraînement à la vapeur dans un environnement stationnaire (sans rotation ou oscillation).

Afin d'éviter une modification physique du liège, par exemple une contraction, il peut être préférable de refroidir lentement le liège tout en le maintenant dans le récipient 1, parce
10 que le liège diminue de volume (contraction) lorsqu'il est soumis à une température relativement basse après pénétration de la vapeur de température relativement élevée. En particulier, comme la température de la structure interne du liège ne peut pas être abaissée comme celle de la surface, une durée relativement longue est nécessaire
15 pour refroidir de manière satisfaisante la structure interne du liège. Ceci signifie que si on le retire du récipient immédiatement en contact avec l'atmosphère, ceci peut provoquer une contraction importante dans le liège, ce qui le rend rigide en altérant les propriétés du liège. Par contre, le refroidissement naturel
20 nécessite une très longue durée. En conséquence, la fourniture d'une atmosphère chaude au récipient au moyen du refroidissement peut être efficace. Dans ce cas, on continue la rotation et l'oscillation du récipient 1 pendant le refroidissement. Pendant le refroidissement naturel, on a observé que l'efficacité du refroidissement
25 est fortement abaissée à une certaine température. Afin d'accélérer le refroidissement, l'atmosphère chaude est produite dans un générateur d'atmosphère chaude (non représenté dans les figures) et fournie au récipient 1 en réglant la vanne 7 située du côté de l'entrée de vapeur. A mesure que le liège 2 est mouillé par
30 la vapeur, l'atmosphère chaude fournie au récipient 1 peut prendre la chaleur latente à la surface du liège 2 lorsque la vapeur est évaporée. Ceci augmente la vitesse de refroidissement. Les résultats des tests de refroidissement sur le liège sont indiqués dans le Tableau 1 suivant.

TABLEAU 1

Répétition	1	2	3	4	5
Durée de refroidissement (min)	47	48	47	50	46
05 Rapport en volume (%)	111,4	98,0	95,0	96,4	104,7

$$\text{rapport en volume (\%)} = \frac{\text{poids sec après traitement}}{\text{poids sec avant traitement}}$$

10 Il y a contraction de la matière lorsque cette valeur dépasse 100.

Le traitement désigne l'entraînement à la vapeur.

Conditions du test

débit de vapeur : 280 l/h

durée de traitement : 64 min

15 pression (manométrique) : 1 bar

Comme indiqué dans le tableau 1, la contraction du liège était évitée.

Exemple 1

20 On a effectué les expériences suivantes afin de démontrer les avantages obtenus par la présente invention. Dans ces expériences, on chauffe du liège naturel en morceaux de 10 cm x 10 cm x 5 cm dans un autoclave pendant 60 min à des températures de 100, 110, 120 et 130°C, respectivement. Les pressions correspondant aux
25 températures sont indiquées dans le Tableau 2 suivant.

TABLEAU 2

	Température (°C)	Pression (bar)
30	100	1,033
	110	1,461
	120	2,055
	130	2,754

35 Pour vérifier le degré ou profondeur de pénétration de la vapeur dans la structure interne du liège, les morceaux de liège

ont été coupés avec un couteau et la distance depuis la surface du liège a été mesurée. Les résultats des mesures sont indiqués dans le Tableau 3 suivant et la figure 3 ci-annexée.

05

TABLEAU 3

	Température (°C)	Profondeur de pénétration (mm)
	100	0,5
	110	5,0
10	120	10,0
	130	20,0

Comme on peut le voir d'après le Tableau 3 ci-dessus et la figure 3, le degré de pénétration augmente de manière exponentielle avec la température de la vapeur.

15

Exemple 2

On a broyé un bouchon de liège reconnu comme bouchon au moyen d'une machine à broyer le liège connue à une dimension de grains ordinairement utilisée pour former du liège comprimé, pour former un échantillon de morceaux de liège. On a placé 4 g de l'échantillon de liège en morceaux dans un sac de gaze (15 cm x 20 cm). Le sac contenant l'échantillon de liège est placé au milieu de la charge de liège dans le récipient 1. On a effectué le traitement de désodorisation en utilisant l'appareillage de la figure 2. Dans le traitement, on a fait tourner le récipient 1 avec variation successive de l'angle d'inclinaison. On a fait circuler la vapeur à travers le liège dans le récipient 1 à un débit de 20 l/h et 40 l/h, respectivement. Le traitement de désodorisation a été effectué pendant 30 min, 60 min et 90 min après avoir atteint les conditions prédéterminées, c'est-à-dire que la température dans le récipient était de 120°C et la pression était de 1 bar. Après le traitement, on a déterminé la quantité résiduelle de TCA en découpant l'échantillon de liège en tranches, en extrayant le TCA des tranches par le n-pentane et on l'a mesurée par chromatographie

35

gazeuse. Les résultats des mesures sont indiqués dans le Tableau 4 suivant et dans la figure 4.

TABLEAU 4

05

Durée		Débit de vapeur (20 l/h)		Débit de vapeur (40 l/h)	
		25,25,18,22,24,28,19,30, 32,32 (ng/g)		5,4,6,6,5,6,8,6,5 (ng/g)	
10	30 min	Moyenne	25,5	Moyenne	5,3
		Ecart-type	4,99	Ecart-type	1,77
		CV (%)	22,8 %	CV (%)	33,4 %
		Séparation	89,7 %	Séparation	97,8 %
15		7,8,8,11,9,13,12,13,13, 12 (ng/g)		1,5 ; 1,3 ; 1,6 ; 2,8 ; 2,8 ; 1,6 ; 1,7 ; 2,7 ; 1,5 ; 3,0 (ng/g)	
20	60 min	Moyenne	10,5	Moyenne	2,1
		Ecart-type	2,51	Ecart-type	0,68
		CV (%)	23,9 %	CV (%)	32,4 %
		Séparation	95,7 %	Séparation	99,1 %
		7,9,8,7,8,8,10,7,9, 10 (ng/g)			
25	90 min	Moyenne	8,3	Moyenne	non déterminée
		Ecart-type	1,16		
		CV (%)	14,0 %		
		Séparation	96,6 %	Séparation	100 %

30 Comme on peut le noter, la présente invention atteint avec succès l'objet et les avantages recherchés.

Il est entendu que l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation préférés décrits ci-dessus à titre d'illustration et que l'homme de l'art peut y apporter diverses modifications sans s'écarter du cadre et de l'esprit de l'invention.

REVENDICATIONS

05 1. Procédé pour la désodorisation du liège, caractérisé en ce qu'il comprend l'étape de traitement dudit liège par entraînement à la vapeur pour éliminer une substance à l'origine d'une odeur désagréable dans ledit liège, la température et la pression de la vapeur pour le traitement de désodorisation étant choisies de manière à faire pénétrer les molécules de vapeur dans la structure interne du liège.

10 2. Procédé pour éliminer une substance à l'origine d'une odeur désagréable dans ledit liège, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

une première étape consistant à placer ledit liège dans un récipient,

15 une seconde étape de fourniture de vapeur audit récipient pour produire un courant de vapeur à une température et sous une pression données, cette température et cette pression étant choisies pour faire pénétrer les molécules de vapeur dans la structure interne du liège et provoquer la distillation par entraînement à la vapeur dans la structure interne du liège,

20 une troisième étape d'évacuation dudit récipient de ladite vapeur qui est passée à travers le liège et contient la substance à l'origine de l'odeur désagréable.

25 3. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ladite substance à l'origine de l'odeur désagréable est le 2,4,6-trichloroanisole.

30 4. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ladite substance à l'origine de l'odeur désagréable est le 2,4,6-trichlorophénol qui est un précurseur du 2,4,6-trichloroanisole.

5. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'il comprend en outre les étapes suivantes :

35 découpage dudit liège en morceaux de dimension prédéterminée,

préchauffage dudit liège découpé à une certaine température et

maintien de ladite température et de ladite pression pendant la désodorisation.

05 6. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 5, caractérisé en ce que ladite température est d'au moins 100°C.

10 7. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 5, caractérisé en ce que ladite pression est d'au moins 1 bar (760 mmHg).

8. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 2, caractérisé en ce que ladite seconde étape comprend en outre l'agitation dudit récipient.

15 9. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 8, caractérisé en ce que ladite étape d'agitation comprend la rotation ou l'oscillation dudit récipient ou leur combinaison.

20 10. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 8, caractérisé en ce que ladite étape d'agitation comprend l'agitation dudit liège dans ledit récipient.

11. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une étape de refroidissement dudit liège dans ledit récipient.

25 12. Procédé pour la désodorisation du liège selon la revendication 11, caractérisé en ce que ladite étape de refroidissement comprend les étapes suivantes :

maintien dudit liège dans ledit récipient en arrêtant l'alimentation de vapeur et en le soumettant ainsi au refroidissement naturel,

30 production d'une atmosphère chaude,

fourniture de ladite atmosphère chaude à l'intérieur dudit récipient lorsque l'efficacité de refroidissement par refroidissement naturel a diminué.

35 13. Appareillage pour la désodorisation du liège par entraînement à la vapeur, caractérisé en ce qu'il comprend un dis-

positif pour la production d'un courant de vapeur à une température et sous une pression données qui sont choisies pour provoquer la distillation par entraînement à la vapeur dans la structure interne dudit liège pour éliminer une substance à l'origine d'une odeur désagréable contenue dans ledit liège.

14. Appareillage pour la désodorisation du liège, caractérisé en ce qu'il comprend :

un premier dispositif (1) destiné à contenir ledit liège (2),

un second dispositif pour fournir de la vapeur d'un générateur de vapeur (3) pour former un courant de vapeur d'un orifice d'entrée à un orifice de sortie dudit premier dispositif, ladite vapeur dans ledit courant de vapeur étant maintenue à une température et sous une pression données choisies pour extraire dudit liège une substance provoquant une odeur désagréable,

un troisième dispositif (6) pour évacuer par ledit orifice de sortie dudit premier dispositif (1) la vapeur avec la substance provoquant une odeur désagréable.

15. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que ladite substance à l'origine d'une odeur désagréable est le 2,4,6-trichloroanisole.

16. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que ladite substance à l'origine d'une odeur désagréable est le 2,4,6-trichlorophénol, qui est un précurseur du 2,4,6-trichloroanisole.

17. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que ledit liège est découpé en morceaux d'une dimension prédéterminée.

18. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 14, caractérisé en ce que ladite vapeur est préchauffée à la température dudit liège découpé.

19. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 14, caractérisé en ce que ladite vapeur est préalablement amenée à une certaine pression.

20. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 18, caractérisé en ce que ladite température et ladite pression sont maintenues pendant la désodorisation.

05 21. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 18, caractérisé en ce que ladite température est d'au moins 100°C.

22. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 19, caractérisé en ce que ladite pression est d'au moins 1 bar (760 mmHg).

10 23. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 14, caractérisé en ce que ledit premier dispositif a une forme longitudinale suivant la direction d'alimentation de la vapeur.

15 24. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 14, caractérisé en ce que ledit second dispositif comprend en outre un dispositif pour agiter ledit premier dispositif.

20 25. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 24, caractérisé en ce que ledit dispositif d'agitation comprend un dispositif pour la mise en rotation ou en oscillation dudit premier dispositif ou leur combinaison.

25 26. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 24, caractérisé en ce que ledit dispositif d'agitation est situé dans ledit premier dispositif et comprend un dispositif pour l'agitation dudit liège dans ledit premier dispositif.

27. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 14, caractérisé en ce que ledit troisième dispositif comprend en outre un dispositif pour refroidir ledit liège dans ledit premier dispositif.

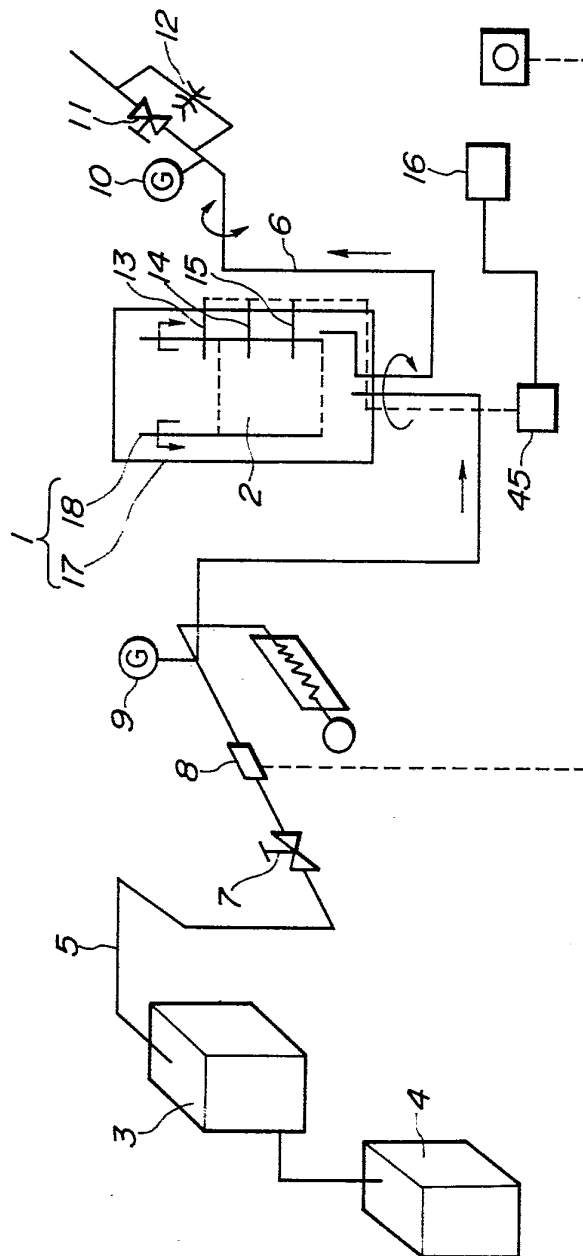
30 28. Appareillage pour la désodorisation du liège selon la revendication 27, caractérisé en ce que ledit dispositif de refroidissement comprend :

un dispositif pour produire une atmosphère chaude et

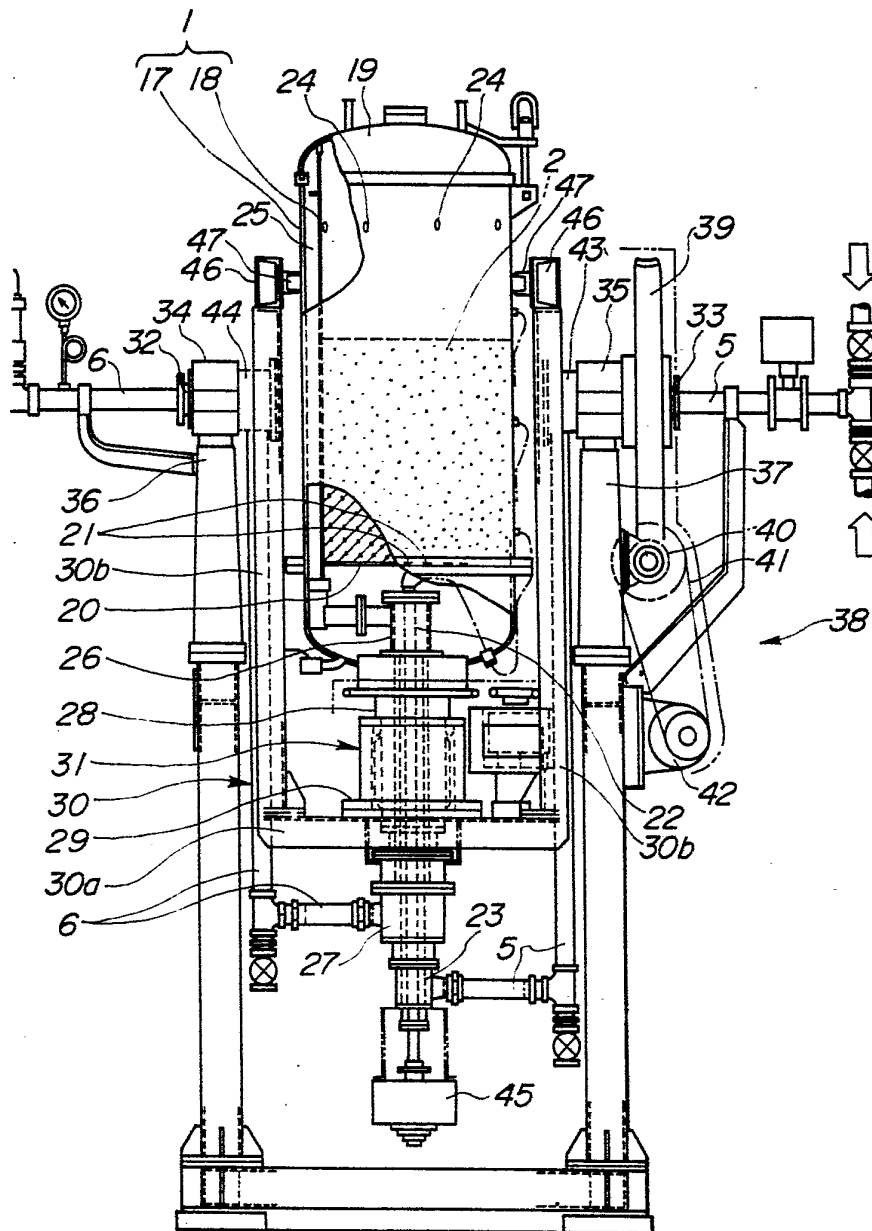
35 un dispositif pour fournir ladite atmosphère chaude à l'intérieur dudit premier dispositif tout en maintenant la rotation et l'oscillation dudit premier dispositif.

29. Appareillage selon la revendication 28, caractérisé en ce qu'un dispositif de refroidissement effectue initialement le refroidissement du liège par refroidissement naturel et ledit dispositif de fourniture d'atmosphère chaude est activé pour fournir ladite atmosphère chaude lorsque l'efficacité de refroidissement dans le refroidissement naturel est abaissée.

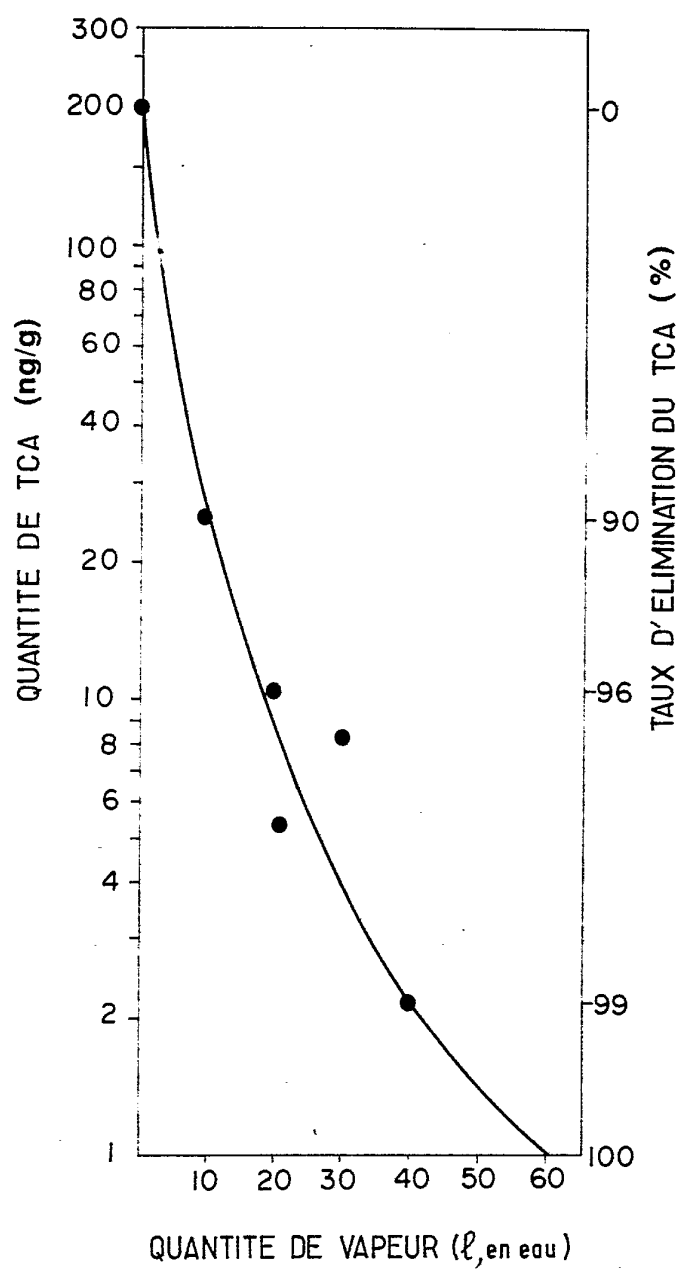
05

FIG. 1

2/4

FIG. 2

3/4

FIG. 3

4/4

FIG. 4