



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

<p>(51) Classification internationale des brevets ⁶ : A23C 9/142, A01J 11/10, B01D 61/14</p>	A1	<p>(11) Numéro de publication internationale: WO 99/48376</p> <p>(43) Date de publication internationale: 30 septembre 1999 (30.09.99)</p>
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/00632</p> <p>(22) Date de dépôt international: 18 mars 1999 (18.03.99)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 98/03478 20 mars 1998 (20.03.98) FR</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE (INRA) [FR/FR]; 147, rue de l'Université, F-75338 Paris Cedex 07 (FR).</p> <p>(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): GOUDEDRANCHE, Henri, Yves, Marie [FR/FR]; 1, rue d'Argentré, F-35740 Pacé (FR). MAUBOIS, Jean-Louis, Joseph [FR/FR]; La Barre Guibourg, F-35740 Pacé (FR). FAUQUANT, Jacques, Emile [FR/FR]; 25, rue de Rennes, F-35160 Pleumeleuc (FR).</p> <p>(74) Mandataire: PHELIP, Bruno; Cabinet Harlé & Phélip, 7, rue de Madrid, F-75008 Paris (FR).</p>	<p>(81) Etats désignés: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>	
<p>(54) Title: PRODUCTS, IN PARTICULAR MILK PRODUCTS, COMPRISING SELECTED FRACTIONS OF FAT GLOBULES, METHOD FOR OBTAINING SAME AND USE</p>		
<p>(54) Titre: PRODUITS, EN PARTICULIER LAITIERS, COMPRENANT DES FRACTIONS SELECTIONNEES DE GLOBULES GRAS, OBTENTION ET APPLICATIONS</p>		
<p>(57) Abstract</p> <p>The invention concerns a method for selectively separating, according to size, fat globules present in food or biological medium, which consists in subjecting the medium to be treated to at least tangential flow microfiltration with a cut-point threshold ranging between 1.8 and 10 μm in substantially uniform transmembrane differential pressure and in recuperating the resulting concentrate and permeate.</p>		
<p>(57) Abrégé</p> <p>Procédé pour séparer de manière sélective, selon leur taille, les globules gras présents dans un milieu alimentaire ou biologique, consistant à soumettre le milieu à traiter à au moins une microfiltration tangentielle sur membrane ayant un seuil de coupure compris entre 1,8 et 10 μm dans des conditions de pression transmembranaire substantiellement uniforme et à récupérer le rétentat et le perméat obtenus.</p>		

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

**“ PRODUITS, EN PARTICULIER LAITIERS, COMPRENANT
DES FRACTIONS SELECTIONNEES DE GLOBULES GRAS,
OBTENTION ET APPLICATIONS ”**

5 La présente invention concerne de nouveaux produits présentant des caractéristiques originales de distribution de globules gras, l'obtention de ces produits et leurs applications. Le domaine préféré de l'invention est celui des produits laitiers.

10 Plus particulièrement l'invention est relative à un procédé permettant de séparer de manière sélective, selon leur taille sans modifier de manière significative leur intégrité membranaire, les globules gras contenus dans un milieu alimentaire ou biologique. Dans ce qui suit, l'invention a été décrite de manière détaillée en référence au traitement du lait. Celui-ci constitue, en effet, un cas particulièrement intéressant de
15 liquide alimentaire pouvant être soumis au procédé.

 La matière grasse contenue dans le lait produit par les mammifères (vache, chèvre, brebis, bufflesse, jument, ânesse, femme ...) est à plus de 95% sous forme de globules sphériques, visibles au microscope optique, ayant un diamètre variant entre 0,1 et 20 μm . Pour
20 ce qui est du lait de vache, leur diamètre moyen se situe entre 3 et 5 μm et leur dispersion gaussienne est majoritairement comprise entre 2 et 12 μm (Alais, 1984, Science du Lait, Edition Sepaic). Les globules gras les plus nombreux (80%) ont un diamètre inférieur à 0,1 μm , mais ils ne représentent qu'une très faible proportion en poids de la matière grasse
25 laitière (Keenan et al., 1988, Fundamentals of Dairy Chemistry, Edition Van Nostrand Reinhold). La distribution de taille des globules gras du lait varie légèrement avec la race, l'alimentation et le stade de lactation du bovin laitier (Keenan et al., cité supra).

 Les globules gras du lait de vache sont constitués d'une
30 membrane à structure complexe comprenant de nombreuses espèces protéiques (20 à 40 selon les auteurs) à propriétés amphiphiles, comme la butyrophiline ou enzymatiques, comme la xantine oxydase, des lipides complexes (phospholipides et cébrosides dont certains présentent aussi des glycations complexes, notamment acide sialique, N-acétyl-
35 galactosamine...) et des acides nucléiques (Keenan et al., cité supra)

entourant une gouttelette de di- et de triglycérides, partiellement cristallisés à température ambiante (Alais, cité supra).

La séparation des globules gras du reste du lait, phénomène dit de l'écémage est basée sur la différence de masse volumique (densité) existant entre les globules et le liquide dans lequel ils sont suspendus. On distingue classiquement deux types d'écémage : l'écémage dit spontané, autrefois très pratiqué en beurrerie et en fromagerie artisanales, fournissant une couche enrichie en globules gras agglutinés, opération réalisée à 5-10°C pendant 10-16 h et l'écémage centrifuge où le lait entier soumis à une rotation centrifuge de l'ordre de 4000 à 5000 t/min, au sein d'un empilement de disques coniques (Towler, 1986, Modern Dairy Technology, Edition Robinson) est séparé, en continu, en crème et lait écémé. La crème, obtenue selon ce procédé, d'usage généralisé dans l'industrie laitière mondiale, est un lait fortement enrichi en matière grasse globulaire (sa teneur la plus courante est de 400 g/kg). Selon l'efficacité de l'équipement utilisé, la teneur en matière grasse du lait écémé est égale ou inférieure à 0,5 g/kg.

Il existe un besoin en produits, en particulier laitiers, comprenant des fractions sélectionnées de globules gras, ainsi qu'en produits contenant des globules gras calibrés. L'industrie laitière recherche de plus en plus des produits nouveaux répondant aux besoins des consommateurs, et parmi eux, des produits provenant de la transformation des produits gras.

L'objet de la présente invention concerne une nouvelle méthodologie de séparation et de fractionnement à l'aide de membranes de microfiltration de la matière grasse contenue dans un milieu alimentaire ou biologique, en particulier dans le lait produit par les femelles laitières, basée non pas sur des différences de masses volumiques entre globules gras et lait écémé comme dans l'art antérieur, mais sur des différences de tailles particulières des éléments constitutifs du lait des mammifères.

Ainsi, l'invention concerne non pas une séparation totale de la matière grasse globulaire, mais un fractionnement différentiel de ladite matière grasse selon la taille des globules en vue d'exploiter les

propriétés surprenantes des fractions enrichies en petits et en gros globules.

La technique de microfiltration sur membrane est connue en elle-même et a déjà été proposée dans l'industrie laitière notamment. A titre
5 de référence pertinente, on peut citer l'article de J.L. Maubois, intitulé "Current uses and future perspectives of M.F. Technology in the dairy industry", dans Bulletin of the IDF 320, 1997, pages 37 à 40, qui fait le point des connaissances de l'homme du métier dans ce domaine et cite de nombreuses références bibliographiques.

10 L'écémage total du lait entier, c'est-à-dire la rétention totale des globules par microfiltration sur membrane en flux tangentiel a été proposé par Piot et al. (La Technique Laitière N°1016, 1987). La membrane utilisée d'un diamètre moyen de pores de 1,8 μm conduisait à une rétention voisine de 98% de la matière grasse, que les auteurs
15 jugeaient insuffisante par rapport à l'écémage centrifuge et, pour l'améliorer, ils proposaient l'emploi de membranes de microfiltration à diamètre de pores inférieur.

Cet article ne contient pas d'enseignement sur l'obtention de produits gras contenant des fractions sélectionnées de globules gras et
20 souligne que la technique de microfiltration, bien qu'a priori envisageable pour l'écémage et l'épuration bactérienne du lait entier cru, soulève de nombreux problèmes techniques non résolus.

Le brevet US 4,140,806 décrit un procédé de séparation du lait par microfiltration tangentielle en une première fraction contenant la
25 presque totalité de la matière grasse contenue dans le produit de départ et en une seconde fraction pratiquement exempte de matière grasse, dans des conditions de filtration ne permettant pas l'obtention d'une pression transmembranaire sensiblement uniforme.

Le brevet FR 95.02939 (publication 2.731.587) décrit un procédé
30 pour éliminer les cellules somatiques des milieux alimentaires ou biologiques, consistant à soumettre le milieu à traiter à au moins une microfiltration tangentielle sur une membrane ayant un seuil de coupure supérieur à 10 μm , de préférence compris entre 10 et 50 μm . Une application préférée de ce procédé est le traitement du lait, le problème
35 technique dans ce cas étant d'obtenir un lait répondant aux exigences

les plus sévères de qualité sanitaire, c'est-à-dire dont le taux de cellules somatiques est très faible, tout en conservant la flore banale utile dans la transformation du lait, par exemple en fromage. Ce brevet antérieur ne se préoccupe que des problèmes liés à la présence des cellules somatiques du lait et ne contient aucun enseignement sur l'obtention de produits gras contenant des fractions sélectionnées de globules gras.

Les produits obtenus selon ce brevet sont un microfiltrat contenant moins de 10 000 cellules somatiques/ml et contenant l'essentiel de la matière grasse du lait de départ ainsi qu'un rétentat représentant 4% en volume du lait mis en contact avec la membrane et contenant l'essentiel des cellules somatiques et un peu de matière grasse.

La présente invention a pour objet un procédé qui permet de séparer d'une manière sélective les globules gras selon leur taille et ainsi de préparer des dérivés contenant des globules calibrés. Ceux-ci restent dans leur état natif, ce qui veut dire que leur membrane n'a pas été modifiée et qu'elle conserve ses propriétés naturelles.

L'invention a pour objet un procédé pour séparer de manière sélective, selon leur taille, les globules gras présents dans un milieu alimentaire ou biologique consistant à soumettre le milieu à traiter à au moins une microfiltration tangentielle sur membrane ayant un seuil de coupure compris entre 1,8 et 10 μm dans des conditions de pression transmembranaire sensiblement uniforme et à récupérer le rétentat et le perméat obtenus.

Dans le cas du lait, les produits obtenus sont utilisés pour la préparation de laits et de crèmes entrant dans les procédés conventionnels de transformation ou dans des procédés nouveaux.

La séparation sélective s'effectue sur membrane de microfiltration ayant des seuils de coupure se situant entre 1,8 μm et 10 μm selon la sélection recherchée. Les exemples illustratifs qui suivent montrent l'intérêt de la sélection des membranes ayant un seuil de coupure supérieur à 1,8 μm et inférieur à 10 μm . Bien que le traitement de microfiltration tangentielle soit possible techniquement en dehors de cette fourchette, il conduit, en particulier dans le cas du lait, à des produits laitiers moins intéressants pour leur transformation ultérieure.

Ainsi, avec des membranes ayant des tailles de pores de 0,8 μm et 1,4 μm , la teneur en matière grasse du perméat est faible (respectivement 5,6 g/kg et 2,4 g / kg). Une membrane de 12 μm de diamètre de pores conduit à une séparation de très gros globules gras.

5 L'invention trouve une application privilégiée pour fractionner la matière grasse globulaire contenue dans le lait entier ou dans la crème résultant de l'écémage du lait entier.

Selon les matières premières de départ, l'invention permet donc d'obtenir des produits laitiers nouveaux se distinguant de ceux de l'art
10 antérieur par leur répartition de globules gras.

L'invention concerne notamment les produits laitiers ci-après, les deux premiers étant recueillis sous forme de perméat et le dernier sous forme de rétentat :

(i) Produit laitier ayant une teneur en matière grasse totale
15 inférieure ou égale à 400 g/Kg et dont la répartition des globules gras est telle que les globules de diamètre inférieur à 2,0 μm représentent au moins 10 à 60%, préférablement 20 à 40% en poids de la matière grasse totale et les globules gras de diamètre supérieur à 6 μm représentent moins de 10 à 30%, préférablement 15 à 20% en poids de
20 la matière grasse totale.

(ii) Produit laitier ayant une teneur en matière grasse totale inférieure ou égale à 400 g/Kg et dont la répartition des globules gras est telle que les globules gras de diamètre inférieur à 3,0 μm représentent au moins 20 à 90% et préférablement 30 à 80% en poids de la matière
25 grasse totale et les globules gras de diamètre supérieur à 6 μm représentent moins de 10 à 30% et préférablement 15 à 20% en poids de la matière grasse totale.

(iii) Produit laitier ayant une teneur en matière grasse totale supérieure ou égale à 30 g/kg et dont la répartition est telle que les
30 globules de diamètre inférieur à 5 μm représentent moins de 90% et préférablement moins de 80% en poids de la matière grasse totale et les globules de diamètre supérieur à 6 μm représentent plus de 10% et préférablement plus de 20% en poids de la matière grasse totale.

Dans le procédé de l'invention, on peut utiliser n'importe quel type
35 de membrane, minérale, organique ou composite, à condition que la

membrane considérée soit adaptée à l'installation de microfiltration tangentielle mise en oeuvre.

L'homme du métier connaît les caractéristiques générales des installations de microfiltration tangentielle, et, si besoin est, il peut se reporter aux références bibliographiques citées à ce sujet dans l'introduction de la présente description, par exemple l'article de Piot et al. (1987), de J.L. Maubois (1997) et le brevet français publié sous le N°2.731.587. Le contenu de ces documents est introduit par référence dans la présente description.

La mise en oeuvre proprement dite de la microfiltration à courant tangentiel est réalisée dans une installation de type connu. Le produit à traiter est amené par une pompe d'alimentation à circuler en flux tangentiel à travers des canaux constitués des membranes appropriées ou comprenant celles-ci. Une partie du produit, le perméat ou microfiltrat, passe à travers la membrane et est collectée dans une enceinte. Le milieu qui ne passe pas à travers la membrane, ou rétentat, est recyclé vers la pompe de circulation et mélangé au produit entrant pour de nouveau être soumis à la microfiltration. Dans la pratique, les installations se présentent donc sous forme d'un système en boucle. De telles boucles peuvent être reliées en parallèle pour constituer des installations de plus grande capacité. Un exemple convenable de ce type d'installation est l'unité de microfiltration MFS de la société Alfa Laval.

Le procédé de l'invention se prête à une mise en oeuvre continue ou discontinue. Dans ce dernier cas, une quantité déterminée du milieu à traiter est mise en contact avec les membranes de l'unité de microfiltration jusqu'à l'obtention d'un perméat et d'un rétentat ayant les propriétés désirées. Mais les installations de microfiltration tangentielle se prêtent aussi à une mise en oeuvre continue, selon laquelle le milieu à traiter est amené au contact des membranes de manière continue, les conditions de marche de l'installation étant choisies pour permettre de recueillir, également en continu, un perméat et un rétentat ayant les propriétés souhaitées. L'homme du métier a à sa disposition les moyens de réglage des unités de microfiltration pour obtenir un tel résultat dans des conditions industrielles.

Pour pouvoir être soumis au procédé de l'invention, il suffit que les milieux à traiter soient pompables, de manière à être amenés en contact tangentiel avec les membranes. Ces milieux peuvent donc être des suspensions ou des liquides. Il peut donc s'agir, comme indiqué
5 précédemment, de milieux biologiques ou de milieux alimentaires, très préférentiellement le lait ou un produit issu du lait, tel que crème ou lactosérum par exemple, ou un mélange contenant un ou plusieurs laits ou un ou plusieurs composants du lait. Le produit laitier mis en contact avec la membrane de microfiltration peut ainsi être une crème obtenue
10 par écrémage centrifuge ou par tout autre moyen.

Le lait peut provenir de n'importe quelle femelle laitière : vache, chèvre, brebis, ânesse, bufflesse, isolément ou en mélange. Le procédé de l'invention est tout spécialement approprié au traitement du lait entier cru.

15 La mise en oeuvre du procédé pour assurer la sélectivité de la membrane et éviter le colmatage est assurée en respectant des conditions hydrodynamiques appropriées, notamment :

- recirculation du rétentat (produit retenu par la membrane) à une vitesse tangentielle moyenne de 1 à 10 m/s, préférentiellement 4 à 8
20 m/s;

- recirculation à co-courant du perméat (filtrat traversant la membrane) à la surface externe du support de la membrane filtrante. Le débit de perméat est régulé de manière à obtenir une pression transmembranaire identique et faible (entre 0,2 et 1,0 bars) tout au long
25 de la membrane ;

- alimentation de la boucle de filtration à une pression suffisante pour permettre le bon déroulement de la filtration ;

- température : 37 à 55°C. La mise en oeuvre peut également s'effectuer à d'autres températures sous réserve que le produit reste
30 pompable et qu'il ne soit pas altéré par le traitement thermique.

La recirculation à co-courant du perméat représente un premier mode de réalisation du procédé selon l'invention permettant l'obtention d'une pression transmembranaire substantiellement uniforme sur l'ensemble de la surface de la membrane du filtre.

Ainsi, la recirculation à co-courant du perméat à la surface externe du support de la membrane filtrante permet l'obtention d'une perte de charge (différence entre la pression d'entrée et la pression de sortie des fluides circulant de chaque côté de la membrane filtrante) identique dans
5 chacun des compartiments du filtre et donc une différence de pression substantiellement identique en chaque point donné de la membrane filtrante, et ceci sur la totalité de la surface filtrante. La technique de recirculation du perméat à co-courant est par exemple décrite dans le brevet suédois n° SW 74 16 257 (Sandblom).

10 L'obtention d'une pression transmembranaire substantiellement uniforme sur la totalité de la surface filtrante constitue l'une des caractéristiques essentielles du procédé de séparation selon l'invention, pour obtenir la séparation souhaitée des globules selon leur taille.

15 Selon l'invention, on a trouvé qu'en l'absence d'une pression transmembranaire substantiellement uniforme, la membrane de microfiltration se colmate rapidement (après environ 5 à 20 minutes) et le passage des globules gras ne se fait plus. Cette caractéristique de colmatage du filtre peut constituer un avantage dans des procédés pour lesquels l'obtention d'une fraction pratiquement exempte de globules
20 gras et d'une fraction contenant la quasi-totalité des globules gras du milieu de départ est recherchée.

Au contraire, un défaut de passage des globules gras constituerait un grave inconvénient dans la mise en oeuvre du procédé selon l'invention, car alors la séparation sélective des globules gras selon leur
25 taille ne serait plus possible.

Les globules gras doivent conserver leur taille originelle, c'est-à-dire ni être divisés, ni subir de coalescence par des effets mécaniques inhérents au procédé, par exemple dûs au pompage (nature et type de pompe, vitesse de rotation ...), à la circulation (géométrie des circuits ...),
30 à l'extraction du rétentat et du perméat (vannes, pompes ...) ou à la pression appliquée.

Comme mentionné ci-dessus, la mise en oeuvre du procédé peut se faire en discontinu ou en continu, mais on préfère travailler en continu pour éviter les phénomènes d'homogénéisation et/ou de coalescence
35 des globules gras. Un volume minimal des boucles de circulation du

rétenant et du perméat est souhaitable pour limiter au maximum les temps de séjour et, par conséquent, la durée des effets mécaniques sur les produits dans l'installation de microfiltration.

Lorsqu'on pratique la recirculation du perméat à co-courant et
5 qu'on désire assurer une pression transmembranaire uniforme, on a obtenu les meilleurs résultats avec des membranes minérales ou céramiques, telles que celles en alumine alpha, mises sur le marché par la Société des Céramiques Techniques (France), sous la marque Membralox, ou par la Société Orelis France sous la marque KERASEP,
10 ou encore les membranes de marque STERILOX (voir article de J.L. Maubois, 1997, cité supra).

Selon un autre aspect, la membrane filtrante est placée sur un support macroporeux à gradient longitudinal de perméabilité. Un tel support possède une constitution telle qu'il comporte un gradient de
15 porosité qui décroît d'une extrémité à l'autre de la membrane filtrante.

Grâce à un tel support de filtre, la résistance hydraulique décroît d'une extrémité à l'autre de la membrane filtrante, ce qui permet l'obtention d'une pression transmembranaire uniforme, tout au long du chemin membranaire.

20 Un tel type de filtre est avantageusement réalisé à partir de céramique, tel que le support de filtre décrit dans la demande de brevet français n° FR 97 04 359.

Selon encore un autre aspect, on peut aussi réaliser une filtration membranaire dynamique, telle que décrite dans le brevet français 93 06
25 321(publication 2 692 441), par exemple en utilisant des membranes organiques.

Selon un tel mode de réalisation du procédé de l'invention, la membrane filtrante et son support sont placés sur un axe rotatif, ledit dispositif étant complété par la disposition d'un disque rotatif à faible
30 distance de la membrane de microfiltration.

La rotation du disque placé à faible distance (environ 4 mm) de la membrane de microfiltration génère une contrainte de cisaillement de 50 à 100 fois plus élevée que lors d'une filtration tangentielle classique, cette contrainte de cisaillement agissant dans les trois dimensions
35 (radiale, tangentielle et axiale). Dans un tel dispositif, la génération de la

contrainte de cisaillement à la paroi est découplée de la pression transmembranaire. De tels procédés de filtration membranaire dynamique sont également décrits dans les brevets US 5,037 532, 3,997,447 et 4,956,102.

5 Le procédé de l'invention implique au moins une microfiltration avec une membrane possédant un seuil de coupure entre 1,8 et 10 μm , ce qui signifie que le procédé peut être mis en oeuvre avec une seule membrane de microfiltration répondant à cette définition ou bien en cascade, c'est-à-dire qu'il peut être pratiqué deux ou plusieurs
10 microfiltrations successives à des seuils de coupure différents situés dans la gamme de 1,8 à 10 μm , en vue de sélectionner une population de globules gras.

Egalement, ainsi qu'il est connu dans la technique de microfiltration, le milieu contenant les globules gras peut être modifié en
15 cours de microfiltration par diafiltration, auquel cas le milieu en cours de microfiltration ou le rétentat correspondant est additionné d'un autre milieu ou solution, par exemple de lait écrémé, de perméat d'ultrafiltration de lait, de perméat de microfiltration de lait ou d'eau.

L'invention permet notamment d'obtenir :

20 (a) des perméats de composition correspondant à des laits de fabrication pour la transformation :

- en yaourts, par exemple un perméat contenant 10g/kg de matière grasse ;

25 - en laits de consommation, pasteurisés, UHT, par exemple un perméat contenant 17g/kg de matière grasse ;

- en fromages, par exemple un perméat contenant 17 à 38g/kg de matière grasse ;

- en crème légère, par exemple un perméat contenant entre 150 et 300 g/kg de matière grasse.

30 (b) des rétentats, diafiltrés ou non, capables d'être utilisés comme laits de fabrication pour les mêmes produits que ceux indiqués pour les perméats ou comme crèmes susceptibles d'être utilisées après barattage en transformation beurrière.

L'invention sera illustrée sans être aucunement limitée par les
35 exemples qui suivent. Les méthodes de mesure des paramètres et des

caractéristiques des produits mentionnés sont celles indiquées dans l'article de M. Piot et al. (1987), cité supra.

Exemple 1

5

Du lait entier de grand mélange, issu de la zone de collecte d'une laiterie, était réchauffé à 50°C dans un échangeur à plaques avant d'être versé dans le bac de lancement de l'installation de microfiltration.

Celle-ci était une unité MFS1 Tétra-Laval équipée d'un barreau
 10 multicanal SCT Membralox P19-40 ayant des pores de diamètre 5 µm et une surface filtrante de 0,2 m². L'alimentation du système était assuré à partir du bac de lancement, par une pompe centrifuge Alfa-Laval type KH 10-50. La circulation dans la boucle rétentat était obtenue par une
 15 pompe volumétrique à lobes (pompe IBEX 53-2H), à débit variable ajusté à 4,0 m³/h, ce qui engendrait une vitesse tangentielle moyenne de 4,6 m/s. La circulation dans la boucle perméat était assurée par une pompe volumétrique à lobes (pompe IBEX 42-2H), à débit variable régulé automatiquement en fonction de la perte de charge créée dans la boucle rétentat. La circulation se faisait à co-courant afin de maintenir
 20 une pression transmembranaire uniforme de 480 mbars.

La filtration était réalisée de manière continue et les débits d'extraction du perméat et du rétentat fixés respectivement à 1875 et 208 l/h/m², soit un facteur de concentration de 10.

Dans ces conditions opératoires, la répartition de la matière
 25 grasse est celle indiquée au Tableau I.

Tableau I

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
30 Lait	43,0	100
Perméat	34,0	71
Rétentat	161	30

Exemple 2

Cet exemple était réalisé à partir de lait entier cru, de grand mélange, sur la même installation que dans l'Exemple 1.

Les paramètres utilisés étaient les suivants :

- 5 - membrane SCT Membralox P19-40 - diamètre de pore 3 μm - surface filtrante 0,2 m^2 ;
- température : 51°C ;
- débit de circulation du rétentat : 6,2 m^3/h
- vitesse tangentielle moyenne du rétentat : 7,2 m/s
- 10 - pression transmembranaire : 610 mbars
- débit d'extraction : - perméat : 1040 l/h/m^2
- rétentat : 115 l/h/m^2
- facteur de concentration : 10

La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau II) :

15

Tableau II

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
Lait	43,9	100
Perméat	37,0	76
20 Rétentat	110,0	25

Exemple 3

25 Cet Exemple était réalisé à partir de lait entier, cru, de grand mélange sur la même installation que dans l'Exemple 1.

Les paramètres utilisés étaient les suivants :

- membrane SCT Membralox P19-40 - diamètre de pore 2 μm - surface filtrante 0,2 m^2 ;
- température : 49°C ;
- 30 - débit de circulation du rétentat : 6,6 m^3/h
- vitesse tangentielle moyenne : 7,6 m/s
- pression transmembranaire : 570 mbars
- débit d'extraction : - perméat : 755 l/h/m^2
- rétentat : 120 l/h/m^2
- 35 - facteur de concentration : 7,3

La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau III) :

Tableau III

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
Lait	42,9	100
Perméat	17,0	34
Rétentat	196	63

5
10

Exemple 4

Cet Exemple était réalisé à partir de crème obtenue par écrémage centrifuge sur une installation industrielle à 50°C de lait entier cru de grand mélange. La teneur en matière grasse de la crème (421 g/kg) était ramenée à 200 g/kg par dilution avec du lait écrémé avant microfiltration.

L'installation décrite dans l'Exemple 1 était utilisée avec les paramètres suivants :

- membrane SCT Membralox P19-40 - diamètre de pore 5 μm - surface filtrante 0,2 m² ;
- température : 53°C ;
- débit de circulation du rétentat : 4,3 m³/h
- vitesse tangentielle moyenne : 5 m/s
- pression transmembranaire : 230 mbars
- débit d'extraction : - perméat : 250 l/h/m²
- rétentat : 250 l/h/m²
- facteur de concentration : 2

La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau IV) :

Tableau IV

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
Crème diluée	200	100
Perméat	150	37,5
Rétentat	249	62,2

30
35

Exemple 5

Cet Exemple était réalisé à partir de crème obtenue par écrémage centrifuge, sur une installation industrielle, à 50°C de lait entier cru de grand mélange. La teneur en matière grasse de la crème (410 g/kg) était ramenée à 203 g/kg par dilution au lait écrémé avant microfiltration.

L'installation décrite dans l'Exemple 1 était utilisée avec les paramètres suivants :

- membrane SCT Membralox P19-40 - diamètre de pore 2 μm - surface filtrante 0,2 m^2 ;
- température : 49°C ;
- débit de circulation du rétentat : 4,5 m^3/h
- vitesse tangentielle moyenne : 5,1 m/s
- pression transmembranaire : 422 mbars
- débit d'extraction : - perméat : 256 l/h/m^2
- rétentat : 120 l/h/m^2
- facteur de concentration : 3,1

La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau V) :

Tableau V

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
Crème diluée	203	100
Perméat	84	28
Rétentat	424	67

Exemple 6

5 Du lait entier cru de grand mélange, réchauffé à 50°C, était versé dans le bac de lancement d'une installation de microfiltration différant de celle des Exemples 1 à 5.

Cette unité MFS1 Tétra-Laval, différait de la première sur les points suivants :

- conduite entièrement manuelle ;
- 10 - pompes centrifuges :
 - * alimentation : Alfa-Laval GM - 2A/115
 - * circulation rétentat : FRISTAM, FP 712
 - * circulation perméat : Alfa-Laval GM-2 A/115

Les paramètres utilisés étaient les suivants :

- 15 - membrane SCT Membralox P19-40 - diamètre de pore 5 μm - surface filtrante 0,2 m^2 ;
- température : 50°C ;
- débit de circulation du rétentat : 6 m^3/h
- vitesse tangentielle moyenne : 6,9 m/s
- 20 - pression transmembranaire : 1750 mbars
- débit d'extraction : - perméat : 1750 l/h/m^2
- rétentat : 90 l/h/m^2
- facteur de concentration : 20

La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau VI) :

25

Tableau VI

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
30 Lait	42,6	100
Perméat	35	78
Rétentat	190	22

Exemple 7

Le perméat obtenu par microfiltration sur membrane SCT
 5 Membralox P19-40, diamètre de pores 2 μm dans l'Exemple 3
 correspondait à un lait de consommation demi-écrémé. En comparaison,
 un lait témoin était préparé par mélange de lait écrémé et de crème
 obtenus par écrémage centrifuge d'une partie aliquote du lait entier
 soumis à la microfiltration. La composition des deux laits était la suivante
 10 (Tableau VII) :

Tableau VII

	Teneur en g/kg	Lait témoin	Lait microfiltré (perméat)
15	EST	107,9	108,4
	MG	16,9	17,0
	MAT	35,6	35,8
	Lactose	48,8	48,8

20 Ces deux laits étaient pasteurisés à 72°C - 15 secondes et
 immédiatement refroidis à 2°C et conservés 24 heures à cette
 température.

L'analyse sensorielle a montré que les dégustateurs
 différenciaient les deux laits par leur texture. Le lait microfiltré était
 25 qualifié de plus consistant, plus crémeux, plus long en bouche.

Exemple 8

Deux laits de fromagerie étaient préparés par mélange de produits
 30 de l'Exemple 5 :

- lait témoin : lait écrémé et crème à 410 g/kg de matière grasse ;
- lait microfiltré : lait écrémé et perméat contenant 84 g/kg de
 matière grasse.

Les laits avaient la composition (en g/kg) suivant (Tableau VIII) :

35

TABLEAU VIII

	EST	MG	MAT	Lactose
Lait témoin	118	28,5	35,0	48,4
5 Lait microfiltré	117	28,2	34,5	48,1

Ces deux laits étaient transformés en fromage camembert selon une technologie classique pour l'homme de l'art et dans des conditions rigoureusement identiques :

- 10 - pasteurisation à 72°C - 15 secondes
- ensemencement en levains mésophiles EZAL MM 101 (0,02 unité/kg) et Flora Danica (0,08 unité/kg)
- prématuration de 16 heures à 13°C
- réchauffage à 34°C et emprésurage à pH 6,25
- 15 - coagulation, découpage, égouttage, retournements avec cinétique de température selon l'usage de l'homme de l'art
- salage par saumurage
- ensemencement de la flore de surface
- affinage : 10 jours à 13°C
- 20 7 jours à 7°C
- 7 jours à 4°C

Au démoulage, la composition des fromages était la suivante (Tableau IX) :

25 TABLEAU IX

	EST en g/kg	pH
Fromage témoin	401	4,60
Fromage fabriqué à partir de lait microfiltré	393	4,56

30 L'analyse rhéologique de la texture des fromages par la mesure de la force de pénétration à l'aide d'un appareil STEVENS dans les mêmes conditions opératoires a donné les résultats suivants (moyenne de 20 mesures) (Tableau X) :

35

TABLEAU X

	Force de pénétration en g	Contrainte tangentielle en Pa
Fromage témoin	35,98	5838
5 Fromage fabriqué à partir de lait microfiltré	31,62	5130

Ces résultats confirmaient la texture plus molle, plus fine, perçue à la dégustation dans les fromages issus de lait microfiltré.

Après affinage, les dégustateurs différenciaient les fromages
10 issus de lait microfiltré par la texture de la partie non affinée (coeur) jugée moins crayeuse.

Exemple 9

15 Deux laits de fromagerie étaient préparés à l'aide des constituants suivants :

- lait témoin : lait cru entier mis en oeuvre dans l'Exemple 3 et lait écrémé obtenu par centrifugation à 35°C de ce même lait.

- lait microfiltré : perméat de l'Exemple 3.

20 La composition des laits (en g/kg) était la suivante (Tableau XI) :

TABLEAU XI

	EST	MG	MAT	Lactose
25 Lait témoin	108	16,9	35,6	48,8
Lait microfiltré	108	17,0	35,8	48,8

Ces laits étaient transformés en fromages frais non affinés selon la technologie suivante connue de l'homme de l'art :

30 - pasteurisation des laits à 72°C - 15 secondes

- ensemencement de 4 kg de chaque lait à 26°C : levains EZAL

MM 101 - 0,06 unité/kg

- maturation en salle à 22°C

35 - après 1h30 de maturation : emprésurage 0,1 ml d'extrait de présure/kg

- après 17 heures de maturation : moulage en moules perforés (1 kg de coagulum par moule) cylindriques de 5,5 cm de diamètre et de 20 cm de hauteur

- 5 - égouttage à 22°C pendant 24 heures
 - démoulage et refroidissement à 13°C.

Les teneurs en matière sèche des fromages étaient respectivement de 282 g/kg pour le fromage témoin et de 286 g/kg pour le fromage fabriqué avec le lait microfiltré.

10 L'analyse sensorielle des fromages montrait que la texture du fromage issu de lait microfiltré était plus fine, plus homogène, mieux soudée et moins ferme.

15 L'analyse rhéologique de la texture des fromages par la mesure de la force de pénétration à l'aide d'un appareil STEVENS dans les mêmes conditions opératoires, démontrait également une différence (résultats : moyenne de 20 mesures), voir tableau XII :

TABLEAU XII

20

	Force de pénétration en g	Contrainte tangentielle en Pa
Fromage témoin	23,0	3731
Fromage fabriqué à partir de lait microfiltré	18,9	3073

25

Exemple 10 (comparaison)

Cet exemple était réalisé à partir de lait entier cru de grand mélange sur la même installation que dans l'Exemple 1.

Les paramètres utilisés étaient les suivants :

- 30 - membrane SCT Stérilox P19-40 - diamètre de pore 1,4 µm -
 surface filtrante 0,2 m² ;
 - température : 50°C ;
 - débit de circulation du rétentat : 6,6 m³/h
 - vitesse tangentielle moyenne : 7,6 m/s
 - pression transmembranaire : 500 mbars
- 35

- débit d'extraction : - perméat : 275 l/h/m²
- rétentat : 69 l/h/m²
- facteur de concentration : 5

La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau XIII) :

5

Tableau XIII

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
Lait	44,8	100
Perméat	5,6	10
Rétentat	214	95

10

Exemple 11 (comparaison)

15

Cet Exemple était réalisé à partir de lait entier cru de grand mélange sur la même installation que dans l'Exemple 1.

Les paramètres utilisés étaient les suivants :

- membrane SCT Stérilox P19-40 - diamètre de pore 0,8 µm - surface filtrante 0,2 m² ;
- température : 50°C ;
- débit de circulation du rétentat : 6,6 m³/h
- vitesse tangentielle moyenne : 7,6 m/s
- pression transmembranaire : 600 mbars
- débit d'extraction : - perméat : 285 l/h/m²
- rétentat : 71 l/h/m²
- facteur de concentration : 5

20

25

La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau XIV) :

Tableau XIV

30

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
Lait	44,8	100
Perméat	2,4	4
Rétentat	224	100

35

Exemple 12 (comparaison)

Cet Exemple était réalisé à partir de lait de chèvre entier cru de grand mélange sur la même installation que dans l'Exemple 1.

5 Les paramètres utilisés étaient les suivants :

- membrane SCT Membralox P19-40 - diamètre de pore 12 μm - surface filtrante 0,2 m^2 ;

- température : 50°C ;

- débit de circulation du rétentat : 5,4 m^3/h

10 - vitesse tangentielle moyenne : 6,3 m/s

- pression transmembranaire : 320 mbars

- débit d'extraction : - perméat : 750 l/h/m^2

- rétentat : 83 l/h/m^2

- facteur de concentration : 10

15 La répartition de la matière grasse était la suivante (Tableau XV) :

Tableau XV

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
20 Lait	37,1	100
Perméat	24,4	59
Rétentat	149	40

25 Les exemples rapportés ci-dessus illustrent les effets surprenants sur la texture des produits laitiers préparés à partir de perméats de microfiltration enrichis différenciellement en globules gras de petite taille par rapport au lait mis en contact avec la membrane de microfiltration. Cet enrichissement multiplie les propriétés d'interactions des globules avec les autres composants du lait.

30 Grâce à l'invention, l'industrie laitière dispose d'un procédé de fractionnement industrialisable de la matière grasse laitière globulaire. C'est une nouvelle et large voie de diversification qui est offerte ainsi aux technologues laitiers pour la transformation des produits gras. Les fractions enrichies et appauvries en globules gras de petite taille sont à
35 même de conduire à :

- des fromages de toute catégorie, de texture différente et de
flaveur différente, de nombreux enzymes étant localisés dans la
membrane des globules gras ;

- des beurres, des crèmes de texture et de flaveur différenciées
5 avec des co-produits (babeurre, lait écrémé) différenciés ;

- des laits fermentés de texture et de flaveur différenciées ;

- des poudres grasses de lait à conservation différenciée et à
texture et flaveur différenciées après reconstitution.

L'invention trouve donc une très large application dans la
10 transformation laitière.

Exemple 13

Cet exemple était réalisé à partir de lait entier enrichi en crème
15 sur la même installation que dans l'exemple 1.

Les paramètres utilisés étaient les suivants:

- membrane SCT Membralex P19-40- diamètre de pore 2 μm -
surface filtrante 0,2 m²,

- température 50°C

20 - Débit de circulation du rétentat: 5,6 m³/h

- vitesse tangentielle moyenne du rétentat: 6,5 m/s

- pression transmembranaire : 550 mbars

- débits d'extraction: -perméat : 355 l/h/m²

- rétentat 89 l/h/m²

25 - facteur de concentration: 5

La répartition de la matière grasse était la suivante:

TABLEAU XVI

	Teneur en g/kg	Pourcentage en masse
Lait	88	100
Perméat	45	40
Rétentat	280	63

30

Les fractions de perméat et de rétentat étaient concentrées en matière grasse par centrifugation au moyen d'une écrémeuse classique. De même, une partie du mélange de lait entier et de crème soumis à la microfiltration était transformée en crème (crème témoin). Les teneurs en matière grasse des 3 crèmes étaient ajustées à 340 g/kg.

Elles subissaient un traitement thermique à 75°C pendant 20 secondes .

Elles étaient refroidies à 4°C pendant 3 h 30 puis réchauffées à 18°C et ensemencées par des levains lactiques (EZAL MM 100 et MD 099). Elles subissaient une maturation à cette température jusqu'à atteindre un pH de 5,15.

Elles étaient alors refroidies et barattées à 12°C (marque Elecrem 30).

Les beurres obtenus avaient la composition suivante:

15

TABLEAU XVII

Teneurs en g/kg

Beurre	EST	MG	EAU	MS NON GRAS	NaCl
Témoin	860	851	123	26	10,3
Perméat	882	872	104	24,5	8,9
Rétentat	865	850	120	29	10,8

Dégustation préliminaire:

20

- Le beurre de perméat était grassex, peu fondant et très différent du beurre témoin.
- Le beurre de rétentat était fondant et très similaire au beurre témoin.

25

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour séparer de manière sélective, selon leur taille, les globules gras présents dans un milieu alimentaire ou biologique,
5 consistant à soumettre le milieu à traiter à au moins une microfiltration tangentielle sur membrane ayant un seuil de coupure compris entre 1,8 et 10 μm dans des conditions de pression transmembranaire sensiblement uniforme et à récupérer le rétentat et le perméat obtenus.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise
10 une membrane minérale, organique ou composite, adaptée à l'installation de microfiltration tangentielle mise en oeuvre.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on met en oeuvre le procédé en discontinu ou en continu, ce dernier mode de réalisation étant préféré.
- 15 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que, à titre de milieu alimentaire, on traite le lait ou un produit issu du lait, tel que crème ou lactosérum, ou un mélange contenant un ou plusieurs laits ou un ou plusieurs composants du lait.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'on traite
20 le lait entier cru.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on met en oeuvre le procédé en utilisant une seule membrane de microfiltration ou bien en cascade, c'est-à-dire en pratiquant deux ou plusieurs microfiltrations successives à des seuils de
25 coupure différents, choisis dans la gamme de 1,8 à 10 μm , en vue de sélectionner une population de globules gras.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le milieu contenant les globules gras est modifié en cours de microfiltration par diafiltration, auquel cas le milieu en cours
30 de microfiltration ou le rétentat correspondant est additionné d'un autre milieu ou solution, par exemple de lait écrémé, de perméat d'ultrafiltration de lait, de perméat de microfiltration de lait ou d'eau.
8. Produits, à savoir perméats et rétentats, en particulier produits laitiers, contenant des globules gras de distribution sélectionnée, tels

qu'obtenus par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7.

5 9. Produit laitier ayant une teneur en matière grasse totale inférieure ou égale à 400 g/Kg et dont la répartition des globules gras est telle que les globules de diamètre inférieur à 2,0 μm représentent au moins 10 à 60%, préférablement 20 à 40% en poids de la matière grasse totale et les globules gras de diamètre supérieur à 6 μm représentent moins de 10 à 30%, préférablement 15 à 20% en poids de la matière grasse totale.

10 10. Produit laitier ayant une teneur en matière grasse totale inférieure ou égale à 400 g/Kg et dont la répartition des globules gras est telle que les globules gras de diamètre inférieur à 3,0 μm représentent au moins 20 à 90% et préférablement 30 à 80% en poids de la matière grasse totale et les globules gras de diamètre supérieur à 6 μm représentent moins de 10 à 30% et préférablement 15 à 20% en poids de la matière grasse totale.

20 11. Produit laitier ayant une teneur en matière grasse totale supérieure ou égale à 30 g/kg et dont la répartition est telle que les globules de diamètre inférieur à 5 μm représentent moins de 90% et préférablement moins de 80% en poids de la matière grasse totale et les globules de diamètre supérieur à 6 μm représentent plus de 10% et préférablement plus de 20% en poids de la matière grasse totale.

25 12. Applications des produits selon l'une quelconque des revendications 7 à 11 dans le domaine laitier, en particulier pour la transformation fromagère.

13. Applications selon la revendication 12 de perméats de composition correspondant à des laits de fabrication pour la transformation :

- 30 - en yaourts, par exemple un perméat contenant 10g/kg de matière grasse ;
- en laits de consommation, pasteurisés, UHT, par exemple un perméat contenant 17g/kg de matière grasse ;
- en fromages, par exemple un perméat contenant 17 à 38g/kg de matière grasse ;

- en crème légère, par exemple un perméat contenant entre 150 et 300 g/kg de matière grasse.

(b) des rétentats, diafiltrés ou non, capables d'être utilisés comme laits de fabrication pour les mêmes produits que ceux indiqués pour les perméats ou comme crèmes susceptibles d'être utilisées après barattage en transformation beurrière.

14. Applications selon la revendication 12 de rétentats, diafiltrés ou non, à titre de laits de fabrication pour les produits indiqués à la revendication 13.

10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat	Application No
PCT/FR	99/00632

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 6 A23C9/142 A01J11/10 B01D61/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 6 A23C A01J B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 140 806 A (A.R.GLIMENIUS ET AL) 20 February 1979 cited in the application see column 3, line 40 - line 43	1-7
Y	see column 1, line 31 - line 49 see claims; figure 3	8-13
Y	---	
Y	DE 37 43 440 A (K.K.GAURI) 29 June 1989 see claims 1,2	8-13
A	---	
A	FR 2 731 587 A (FROMAGERIE DE L'ERMITAGE SOCIETE COOPERATIVE AGRICOLE) 20 September 1996 cited in the application see claim 1	1

	-/--	

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

12 May 1999

21/05/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cordero Alvarez, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat Application No
PCT/FR 99/00632

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 692 441 A (PALL CORPORATION) 24 December 1993 cited in the application see claims -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Internationa	Application No
PCT/FR 99/00632	

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4140806 A	20-02-1979	NONE	
DE 3743440 A	29-06-1989	AU 2826189 A	19-07-1989
		DK 407889 A	18-08-1989
		WO 8905586 A	29-06-1989
		EP 0346426 A	20-12-1989
		JP 2502517 T	16-08-1990
		US 5028436 A	02-07-1991
FR 2731587 A	20-09-1996	NONE	
FR 2692441 A	24-12-1993	US 5401523 A	28-03-1995
		US 5256437 A	26-10-1993
		AU 3839693 A	13-01-1994
		BR 9302395 A	11-01-1994
		CA 2095057 A,C	20-12-1993
		CH 688909 A	29-05-1998
		DE 4319813 A	23-12-1993
		DK 67693 A	20-12-1993
		GB 2267811 A,B	22-12-1993
		IT 1261061 B	08-05-1996
		JP 2667984 B	27-10-1997
		JP 6062695 A	08-03-1994
		NO 931913 A	20-12-1993
		SE 506768 C	09-02-1998
		SE 9301994 A	20-12-1993
		CA 2080263 A,C	20-12-1993
		MX 9303148 A	31-03-1995

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 99/00632

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 A23C9/142 A01J11/10 B01D61/14

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 6 A23C A01J B01D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 140 806 A (A.R.GLIMENIUS ET AL) 20 février 1979 cité dans la demande voir colonne 3, ligne 40 - ligne 43	1-7
Y	voir colonne 1, ligne 31 - ligne 49 voir revendications; figure 3	8-13
Y	DE 37 43 440 A (K.K.GAURI) 29 juin 1989 voir revendications 1,2	8-13
A	FR 2 731 587 A (FROMAGERIE DE L'ERMITAGE SOCIETE COOPERATIVE AGRICOLE) 20 septembre 1996 cité dans la demande voir revendication 1	1
	--- -/--	

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date	"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)	"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens	"&" document qui fait partie de la même famille de brevets
"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 12 mai 1999	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 21/05/1999
---	---

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Fonctionnaire autorisé Cordero Alvarez, M
---	---

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Deman. Internationale No
PCT/FR 99/00632

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 692 441 A (PALL CORPORATION) 24 décembre 1993 cité dans la demande voir revendications -----	1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No

PCT/FR 99/00632

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4140806	A	20-02-1979	AUCUN	

DE 3743440	A	29-06-1989	AU 2826189 A	19-07-1989
			DK 407889 A	18-08-1989
			WO 8905586 A	29-06-1989
			EP 0346426 A	20-12-1989
			JP 2502517 T	16-08-1990
			US 5028436 A	02-07-1991

FR 2731587	A	20-09-1996	AUCUN	

FR 2692441	A	24-12-1993	US 5401523 A	28-03-1995
			US 5256437 A	26-10-1993
			AU 3839693 A	13-01-1994
			BR 9302395 A	11-01-1994
			CA 2095057 A,C	20-12-1993
			CH 688909 A	29-05-1998
			DE 4319813 A	23-12-1993
			DK 67693 A	20-12-1993
			GB 2267811 A,B	22-12-1993
			IT 1261061 B	08-05-1996
			JP 2667984 B	27-10-1997
			JP 6062695 A	08-03-1994
			NO 931913 A	20-12-1993
			SE 506768 C	09-02-1998
			SE 9301994 A	20-12-1993
			CA 2080263 A,C	20-12-1993
			MX 9303148 A	31-03-1995
