



NUMERO DE PUBLICATION : 1002717A5

NUMERO DE DEPOT : 8901277

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

Classif. Internat.: C13K

Date de délivrance : 14 Mai 1991

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

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

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

Vu le procès verbal dressé le 29 Novembre 1989 à 15h25
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : ARCHER DANIELS MIDLAND COMPANY
Box 1470 Decatur, ILLINOIS 62525(ETATS-UNIS D'AMERIQUE)

représenté(e)s par : VOSSWINKEL Philippe, BUREAU GEVERS S.A., Rue de
Livourne 7 - B-1050 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : CRISTALLISATION D'UN MELANGE AQUEUX DE FRUCTOSE ET D'ALCOOL.

INVENTEUR(S) : Binder Thomas P., 13th Ave. N. 2231, Clinton, Iowa 52732 (US); Logan Robert M., Scenic Drive 553, Clinton, Iowa 52732 (US)

Priorité(s) 12.12.88 US USA 283188

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

Bruxelles, le 14 Mai 1991
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L.
Directeur.

"Cristallisation d'un mélange aqueux de fructose et d'alcool"

L'invention concerne des procédés de cristallisation de fructose et plus particulièrement des procédés continus utilisant de l'alcool pour cristalliser du fructose transporté dans des courants d'alimentation aqueux.

5 Plus particulièrement, l'invention prévoit un mélange d'alcool et d'un sirop aqueux ("MAGMA") partiellement cristallisé de haut fructose afin d'obtenir un mélange qui cristallise aisément et rapidement avec un haut rendement.

10 Dans le passé, le fructose a été cristallisé par des méthodes de traitement par lot, quelques unes de ces méthodes étant mentionnées et décrites, par exemple, dans les brevets suivants: US-A-2 357 838, US-A-3 607 392, US-A-3 704 168, US-A-3 883 365, US-A-4 199 374, US-A-4 710 231, US-A-4 724 006 et GB-A-1 117 903. Un livre de 1912 intitulé "A Hand book of Sugar Analysis", par C.A. Browne et publié
15 par John Wiley & Sons se réfère à l'utilisation d'alcool dans le processus de cristallisation (page 618).

Beaucoup de choses ont été dites à propos des méthodes "améliorées" de cristallisation qui permettent d'accroître la production de cristaux. Cependant, la plupart des méthodes de traitement par
20 lot nécessitent une étape de germination dans laquelle quelques uns des cristaux recueillis sont recyclés vers une étape précédente afin de produire des cristaux de germination pour faire démarrer le processus de cristallisation. Ainsi, il vaudrait mieux parler de la production nette après que l'on ait soustrait le matériau de
25 germination de la production brute. Après cette soustraction, on a trouvé que la production nette est plus ou moins liée aux propriétés physiques du matériau à cristalliser. Le matériau de départ contient une certaine quantité de matériau cristallin potentiel et cette quantité moins les pertes dues au système correspond, dans des limites
30 raisonnables, à la production que l'on peut réaliser avec tous les systèmes.

En conséquence, quand on estime la valeur d'un système de cristallisation, les considérations les plus importantes sont le coût, l'utilité, la quantité et la nature des principaux équipements
35 nécessaires, etc. Au regard de ces considérations, le meilleur système est un système de traitement continu dans lequel entre, de manière continue, un matériau brut et duquel sort, de manière sensiblement continue, un produit fini. Il devrait y avoir une progression en avant

sensiblement continu du matériau comme le produit final est formé, ceci avec une quantité minimale de recyclage. Tout cycle de chauffage devrait être réalisé à une température sensiblement constante et ininterrompue avec un minimum d'énergie de chauffage et de refroidissement pour respectivement accroître et abaisser la température là où l'énergie est dissipée sans nécessité. Il devrait y avoir un flux de produit stable là où des commandes automatiques peuvent tenir des tolérances serrées sans qu'il soit nécessaire de le réajuster fréquemment pour s'adapter aux départs et aux arrêts associés au traitement par lot.

Ainsi, un objet de l'invention consiste à prévoir de nouveaux moyens et procédés améliorés pour cristalliser du fructose. A cet égard, un objet de l'invention est de prévoir des procédés de cristallisation en continu.

Un autre objet de l'invention est de prévoir des procédés de cristallisation du fructose qui sont simples et directs et qui ne nécessitent pas un recyclage des cristaux de germination.

Selon un aspect de l'invention, ces objets et d'autres sont atteints avec un cristalliseur sous vide ou un évaporateur qui refroidit immédiatement et brusquement un courant d'alimentation en sirop de fructose afin de produire en continu une quantité suffisante de cristaux disponibles pour pouvoir démarrer et maintenir le processus de cristallisation. Puis, le sirop refroidi est mélangé à de l'alcool et est mis en repos pendant une période de temps de refroidissement suffisamment longue pour pouvoir terminer ou pratiquement terminer le processus de cristallisation. Ensuite, à la sortie de l'étape de repos, on a le produit final du système de l'invention.

Une procédure préférée pour mettre en oeuvre le procédé de l'invention est montré dans les dessins joints, parmi lesquels:

la Fig. 1 est un bloc-diagramme qui montre un équipement utilisé pour un premier procédé de cristallisation du fructose,

la Fig. 2 est un bloc-diagramme qui montre un équipement utilisé dans un second procédé de cristallisation de fructose, et

la Fig. 3 est un diagramme schématique et graphique qui illustre trois procédés séparés qui peuvent être utilisés dans une unité de production en continu de cristaux de fructose.

Une cristallisation purement aqueuse de fructose est difficile à mettre en oeuvre car le sirop présente, durant son refroidissement,

une grande viscosité. Cette grande viscosité requiert un refroidissement lent et rend difficile la réalisation du mélange du magma. D'un autre côté, les chocs entre cristaux dans le sirop sont limités par cette grande viscosité et il se produit peu de germination hétérogène. Il se forme également de larges zones de sursaturation dans lesquelles aucun germe primaire ne se forme.

Ces facteurs de viscosité contradictoires peuvent être adaptés en faisant fonctionner en continu et à haute température un cristalliseur sous vide. Dans ces conditions de fonctionnement, en continu et à haute température, la viscosité du magma ne devient pas trop élevée pour justifier l'utilisation d'un cristalliseur sous vide à tube d'entrée d'air. Il n'en résulte qu'une vitesse de germination hétérogène modérée, ce qui produit une gamme commercialement convenable de dimensions de cristaux.

Malheureusement, lorsque la quantité totale de substances sèches s'accroît ou lorsque la température s'abaisse, la viscosité du magma devient trop importante pour ce type de cristalliseur. Le magma est alors transféré vers un cristalliseur à traitement par lot plus conventionnel avec un refroidissement lent afin d'obtenir un bon rendement de production.

Selon l'invention, un magma à faible viscosité peut être obtenu en mélangeant à un magma partiellement cristallisé de l'alcool. Les cristaux de ce magma à faible viscosité ont une surface suffisamment importante pour que leur croissance soit continue sans qu'il soit nécessaire d'y ajouter des germes de cristallisation. Ainsi, un produit cristallin fluide peut être obtenu en mélangeant un alcool à un magma aqueux. Le procédé de l'invention ne forme ni précipités ni boues. Ce résultat est en contradiction avec celui qui est décrit dans le document US-A-4 724 006 dans lequel on précise que le mélange de magma et d'alcool est une étape très délicate qui nécessite l'addition d'alcool à une température élevée de 50° C à 80° C afin d'empêcher la formation de précipités et de boues.

De plus, selon l'invention, l'alcool peut être ajouté au magma à pratiquement toute température raisonnable, soit à chaud, soit à froid. Le mélange peut être refroidi sur une période de temps relativement courte afin d'obtenir une excellente production de fructose cristallin.

Le procédé, selon l'invention, de cristallisation en continu d'un

5 magma aqueux dans un cristallisateur sous un vide nécessite un courant d'alimentation en sirop contenant approximativement entre 85 % et 95 % en poids de solides secs et, de manière préférée, entre 87 % et 93 % en poids. Leur pureté en fructose devrait être comprise entre 85 % et 100 % de fructose, et de manière préférée entre 93 % et 98 %. Pratiquement tous les solides secs restant sont d'autres sucres. De manière préférée, la température du courant d'alimentation en sirop est de l'ordre de 65° C, mais peut aussi appartenir à une large plage de températures comprise, par exemple, entre approximativement 55° C et 85° C.

10 Le courant d'alimentation en sirop présente un pH de départ déterminé par les propriétés physiques et l'histoire récente du fructose. Disons, en détail, que tout ce qui concerne le pH dans les procédés de cristallisation du fructose est lié à la durée d'un temps de stockage. S'il est fixé à une période de temps relativement longue, 15 le pH de presque tout sirop de fructose s'équilibre, de manière inhérente, autour de 4 à 5. Cependant, il n'y a que très peu ou pratiquement pas de considérations sur le pH si la solution de fructose arrive directement dans l'évaporateur sans temps de stockage 20 préalable. Ainsi, dans des limites raisonnables, presque tout pH établi naturellement peut être utilisé, mais un domaine de pH compris entre 4 et 4,5 est préférable.

25 La température du cristallisateur sous vide est maintenue entre environ 40° C et 55° C et, de manière préférée, entre 45° C et 50° C. Dans le cristallisateur, un équilibre entre la température, les substances sèches, le vide et le débit d'alimentation en sirop est maintenu afin d'obtenir, à la sortie du cristallisateur, un flux continu de produits qui contient entre approximativement 5 % et 40 % de fructose cristallisé et, de manière préférée, entre 15 % et 25 %.

30 A la sortie du cristallisateur sous vide, le flux de produit est mélangé à l'alcool et est envoyé dans un cristallisateur à traitement par lot à une température comprise entre 35° C et 50° C et, de manière préférée, entre 40° C et 45° C. Chaque lot est refroidi dans ce cristallisateur à traitement par lot ou dans une série de cristallisateurs 35 de ce type dans lesquels la température s'abaisse linéairement. La température finale à la sortie du cristallisateur par lot peut être comprise entre environ 15° C et 25° C et, de manière préférée, entre 18° C et 24° C. Le refroidissement s'étend sur une période de temps de

l'ordre de 10 à 24 heures.

L'équipement (Fig. 1) pour mettre en oeuvre le procédé de l'invention comprend un entrée 10 pour le courant continu d'alimentation en sirop, une entrée 12 pour l'alcool, un évaporateur sous vide 14, un mélangeur 16, un distributeur 18 et un nombre convenable de réservoirs de retenue 20, 22, 24. La sortie du système est prise sur les réservoirs de retenue 20 à 24 et apparaît en 26. Des réservoirs de détente (non représentés) peuvent être prévus aux endroits nécessaires afin de lisser le flux du courant de cristallisation.

Le cristallisateur à germination 14 peut être n'importe quel dispositif convenant tel qu'un cristallisateur à tube d'entrée d'air sous vide qui permet au liquide de monter à l'intérieur du tube d'entrée d'air. L'ébullition a lieu à la surface supérieure du liquide. La hauteur de liquide dans le récipient est d'environ 1,5 fois son diamètre. Un espace suffisant est aménagé au dessus de la surface du liquide pour qu'il y ait séparation par entraînement et enlèvement des vapeurs. Le tube d'entrée d'air a un diamètre sensiblement égal à 50 % du diamètre du récipient. La température est contrôlée par le vide qui règne dans le cristallisateur. Les vapeurs se condensent et peuvent retourner au récipient.

Cet évaporateur est construit par la société Swenson Process Equipment Inc. à Harvey, Illinois, 60426. Il fonctionne dans une plage de températures internes comprises entre environ 40° C et 55° C, avec une plage préférée entre 43° C et 49° C. Au moment de son entrée dans l'évaporateur, le courant entrant de fructose subit, presque instantanément, une réduction de température d'environ 10 à 20° C, ceci afin qu'il y ait une cristallisation quasiment immédiate d'une partie de la solution. En maintenant un équilibre correct entre la température, les substances sèches, le vide et le débit d'alimentation, approximativement 5 à 40 % de fructose cristallisé dans l'évaporateur. En pratique, on établira cet équilibre pour obtenir une proportion de fructose cristallisé comprise entre 15 à 25 % du fructose total. Le flux de produits en sortie de l'évaporateur devrait contenir une quantité d'eau suffisante pour qu'il puisse couler et être pompé. Si nécessaire, de l'eau peut y être ajoutée.

Le produit sortant du cristallisateur 14 entre dans le mélangeur 16 où il est mélangé avec de l'alcool. Cet alcool peut être versé directement dans le magma avec ou sans contrôle. Tout alcool de

qualité alimentaire, par exemple, peut être utilisé, mais on préfère l'éthanol. La quantité d'alcool sur la quantité de magma est comprise entre 3 pour 1 et 1 pour 3 en parties d'alcool pour parties de magma, avec une proportion préférée d'une partie d'alcool pour une partie de magma. Le mélange du produit avec l'alcool a lieu à une température comprise entre 35° C et 50° C et, de manière préférée, entre 40° C et 45° C. Il est préférable de refroidir au préalable l'alcool afin que le mélange puisse se faire dans cette plage de température.

Puis, le mélange d'alcool et de fructose est fourni par le distributeur 18 aux réservoirs de refroidissement et de retenue 20, 22, 24 (Fig. 1). La commutation du distributeur 18 est réalisée de telle manière qu'un réservoir est toujours rempli pendant qu'un second est maintenu et le troisième vidé. Ceci est en outre réalisé de manière que les flux de produits à l'entrée et à la sortie des réservoirs soient sensiblement continus et ininterrompus. De manière préférée, dans chacun des réservoirs 20, 22, 24, la température est abaissée linéairement jusqu'à une température du courant de produit final à la sortie 26 comprise entre 15° C et 25° C et, avantageusement, comprise entre 18° C et 24° C. Le temps global de refroidissement des produits pendant leur passage dans les réservoirs 20 à 24 est de l'ordre de 10 à 24 heures.

Dans l'exemple de réalisation de la Fig. 2, les divers températures et temps de retenue sont approximativement les mêmes que ceux de la réalisation de la Fig. 1. Cependant, le système diffère en ce que les réservoirs de refroidissement 20a à 24a sont reliés en cascade. Le produit passe de réservoir en réservoir selon un flux sensiblement continu avec approximativement un tiers du changement linéaire de température dans chacun des réservoirs. La température du flux de produit entrant dans chacun des réservoirs est comprise entre 43° C et 45° C au réservoir 20a, entre 32° C et 37° C au réservoir 22a et entre 21° C et 27° C au réservoir 24a. Dans la réalisation de la Fig. 2, le flux de produits passe directement du mélangeur 16a au réservoir de refroidissement 20a sans que soit nécessaire un distributeur tel que le distributeur 18 de la Fig. 1.

Avec le système et le procédé de l'invention, il n'est pas nécessaire de réaliser une germination à l'entrée du courant d'alimentation. Par conséquent, tous les cristaux recueillis à la sortie 26 sont disponibles comme produits finis. On fixe le rapport de

- 7 -

leur quantité sur la quantité de fructose disponible dans le courant d'alimentation en sirop à environ 60 % à 65 %. En fait, la grandeur réelle du rendement est déterminée en fonction de la température finale, du coût du stockage pour de plus longues périodes de refroidissement et de la faculté de pompage du matériau par rapport aux autres formes de manipulation. Ainsi, des rendements supérieurs peuvent être obtenus, mais le coût est alors trop élevé. Aussi, sans changer le procédé de l'invention, les rendements peuvent être fixés de temps en temps à des niveaux différents selon les variations de coût des divers paramètres.

Le système de l'invention ne réalise pas le contrôle de la dimension des cristaux car il y a un marché et un besoin pour les cristaux de toutes les dimensions produits par le système. Cependant, on a trouvé qu'il était préférable de trier les cristaux par leur dimension car chaque client veut une dimension spécifique pour des usages spécifiques. Il a été trouvé qu'avec le système de l'invention approximativement 40 % des cristaux ne passent pas à travers un écran de 40 mesh, 37 % ne passent pas dans un écran de 80 mesh et 20 % ne passent pas dans un écran de 80 mesh.

Des exemples de mise en oeuvre sont maintenant décrits.

Exemple 1

Dans ce premier exemple, 800 grammes de magma sont obtenus dans un cristalliseur de type industriel à tube d'entrée d'air. Il fonctionne à une température de 47,7° C et sous un vide de 0,988 Pa. Sur la période de temps durant lequel il est collecté, le magma contient en moyenne 90,6 % en masse de solides secs, lesquels représentent 95,3 % de fructose dont 21,4 % sont cristallisés. Au magma, sont additionnés 800 grammes d'éthanol à 95 %. Cet éthanol est à une température de 43° C. Le mélange est placé dans un cristalliseur à 37,8° C. Après une période de 16 heures, la température du mélange a diminué linéairement jusqu'à 24° C. Le produit est collecté par filtration et est séché. La production est de 491 grammes de fructose dont 71 % sont cristallisés.

Exemple 2

Dans cet exemple, le fructose est cristallisé comme dans l'exemple 1 avec, cependant, les conditions et résultats suivants:

Pourcentage total de fructose	Pourcentage en poids de solides secs	% Fructose cris- tallisé dans l'évaporateur	Masse en g de magma de fructose	Masse en g d'éthanol à 95%	Température de départ en °C	Température finale en °C	Temps en heures	Rendement
95,4	90,6	21	800	800	47	24	20	65,0
94,8	90,4	17,9	800	800	47	32	20	58,0
95	90,6	19,5	800	800	43	24	16	68,0
96,3	90,6	17	800	800	43	24	16	69,6
97,4	91,1	31,6	800	480*	43	24	16	74,4
98	92,9	43	800	800	43	21	16	73,5

* Ethanol à 100%

Exemple 3

800 grammes d'éthanol à 4° C sont ajoutés à 800 grammes du produit d'un cristalliseur sous vide (89,5 % en masse de solides secs, 97 % en masse de fructose dont 17,35 % sont cristallisés). Ce mélange est réalisé à la température de 38° C et dans un bécher. La température après mélange est de 18° C. Le mélange est agité à 24° C. Le produit cristallise sans produire ni huile ni précipité.

Exemple 4

La solubilité du fructose dans des solutions d'eau et d'éthanol est déterminée approximativement afin de trouver le rendement de fructose lorsqu'on utilise des quantités variables d'alcool et de sirop de fructose. Divers solutions saturées de fructose sont préparées à une température de 24° C. Leur composition est déterminée par chromatographie en phase liquide à haute performance.

	% éthanol	Masse de Fructose pour 100 g d'un mélange d'éthanol et d'eau
20	50	180
	60	137.5
	70	91
	80	59
	90	15.43

La Fig. 3 montre schématiquement et graphiquement trois procédés différents qui peuvent être utilisés pour une production de fructose à grande échelle. Dans chacun de ces trois exemples, le courant d'alimentation entrant est constitué d'environ 90 % de solides secs et de 10 % d'eau à environ 60° C. Les solides secs représentent environ 95 % de fructose et 5 % d'autres sucres. Le courant d'alimentation ou magma est placé dans un cristalliseur sous vide à une température d'environ 47° C.

Dans un premier procédé représenté en 50, le flux du magma sortant du cristalliseur est mélangé à de l'éthanol à 95 % et placé

5 dans un premier réservoir de retenue 52. Puis la température est abaissée d'environ 38° C jusqu'à 18° C. Quand le réservoir 52 est plein, le magma est dirigé vers le réservoir 54. Quand celui-ci est plein, le magma est dirigé vers le réservoir 56. Alors que le réservoir 56 se remplit, le réservoir 52 est vidé. Par conséquent, il sort toujours un courant de produit. Dans chacun des réservoirs de retenue, le produit est refroidi de 43° C jusqu'à 18° C.

10 Dans un second procédé illustré en 60, l'éthanol est ajouté au courant de magma sortant du cristalliseur avant que le magma atteigne les réservoirs 62, 64, 66 montés en cascade. Le mélange est refroidi jusqu'à 38° C dans le réservoir 62, jusqu'à 32° C dans le réservoir 64 et jusqu'à 18° C dans le réservoir 66.

15 Dans le procédé illustré en 70, les trois réservoirs 72, 74, 76 sont montés en cascade et les températures sont les mêmes que celles du procédé illustré en 60. Cependant, dans le procédé illustré en 70, l'éthanol est ajouté, approximativement par tiers en volume dans chacun des trois réservoirs 72, 74, 76. Du fait que l'éthanol est ajouté au contenu des trois réservoirs à des températures de 38° C, 32° C et 18° C, respectivement, ce procédé est le plus économique d'un point de vue énergétique car il nécessite moins de chaleur pour porter l'éthanol aux températures des second et troisième réservoirs.

20

REVENDICATIONS

1. Procédé continu de cristallisation de fructose comprenant les étapes suivantes :

- 5 a) fournir un courant d'alimentation en fructose aqueux entrant à une température comprise entre environ 55°C et 80°C,
- b) placer ledit courant d'alimentation dans un évaporateur ayant une température interne comprise entre environ 40°C et 55°C,
- c) effectuer une évaporation dans ledit évaporateur jusqu'à ce qu'il y ait une cristallisation d'environ 5 à 40 % en poids de solides
- 10 entièrement secs de fructose dans ledit courant d'alimentation,
- d) décharger le contenu de magma partiellement cristallisé de l'évaporateur dans un mélangeur et ajouter de l'alcool audit mélangeur avec un rapport de mélange dans une gamme d'environ 3 pour 1 en poids à 1 pour 3 en poids d'alcool par rapport au poids du
- 15 courant d'alimentation en fructose partiellement cristallisé,
- e) décharger le mélange dudit mélangeur dans au moins un premier réservoir de retenue,
- f) refroidir linéairement ledit mélange dans ledit réservoir de retenue sur une période de temps d'approximativement 10 à 24 heures
- 20 jusqu'à une température finale de l'ordre de 15°C à 26°C, et
- g) retirer et sécher les contenus dudit réservoir de retenue.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de l'étape (a) est comprise entre environ 43°C et 49°C.

25 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de l'étape (b) est comprise entre environ 43°C et 54°C.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la cristallisation de l'étape (c) est de l'ordre de 15 à 20 % en poids de solides secs.

30 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le rapport d'alcool et de magma de fructose partiellement cristallisé dans l'étape (d) est de 1 pour 1 en poids.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température finale dans l'étape (f) est comprise entre environ 18°C et 24°C.

35

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de l'étape (a) est comprise entre 43°C et 49°C et la température de l'étape (b) est comprise entre 43°C et 54°C.

5 8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de l'étape (a) est comprise entre 43°C et 49°C, la température de l'étape (b) entre 43°C et 54°C et la cristallisation de l'étape (c) est de l'ordre de 15 à 20 % en poids de solides entièrement secs.

10 9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de l'étape (a) est comprise entre 43°C et 49°C, la température de l'étape (b) est comprise entre environ 38°C et 54°C, la cristallisation de l'étape (c) est de l'ordre de 1 à 20 % en poids de solides entièrement secs et le rapport dans l'étape (d)
15 d'alcool sur le fructose partiellement cristallisé est de 1 sur 1.

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de l'étape (a) est comprise entre 43°C et 49°C, la cristallisation de l'étape (c) est de l'ordre de 15 à 20 % en poids de solides secs, le rapport dans l'étape (d) d'alcool sur le
20 magma de fructose partiellement cristallisé est de 1 sur 1 et la température finale dans l'étape (f) est comprise entre environ 18°C et 24°C.

11. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'au moins le premier réservoir de retenue précité dans l'étape
25 (e) est constitué par au moins trois de ces réservoirs de retenue et des moyens pour remplir de manière continue au moins un réservoir, pour vider au moins un réservoir et pour retenir ledit mélange dans un troisième réservoir.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'il y a des moyens pour commuter la décharge de l'étape
30 (e) entre au moins les trois réservoirs de retenue de telle manière que ledit mélange reste dans l'un desdits réservoirs de retenue pendant le temps de refroidissement complet de l'étape (f).

13. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'au moins le premier réservoir de retenue précité dans l'étape
35 (e) est constitué par au moins trois réservoirs de retenue en cascade

si bien que le mélange coule dans un des premiers réservoirs de retenue puis à travers un second réservoir, et enfin coule dans un troisième réservoir de manière que ledit mélange reste dans chaque réservoir de retenue pendant un tiers du temps total de refroidissement nécessité pour l'étape (f).

14. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alcool est de l'éthanol.

15. Procédé continu de cristallisation du fructose, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 10 a) fournir un courant d'alimentation aqueux de fructose à un cristalliseur à tube d'entrée d'air sous vide fonctionnant à une température de 47°C approximativement et sous un vide de 0,988 Pa, ledit courant d'entrée contenant environ 90,6 % en poids de solides entièrement secs représentant eux-mêmes substantiellement 95,3 %
- 15 de fructose,
- b) enlever ledit fructose dudit cristalliseur et additionner de l'alcool au courant d'alimentation partiellement cristallisé de l'étape (a) lorsqu'approximativement 21,4 % du fructose ont été cristallisés, ledit alcool étant à une température de sensiblement 43°C et
- 20 approximativement égale en poids audit courant cristallisé partiellement,
- c) permettre au mélange résultant d'alcool et du courant d'alimentation cristallisé partiellement de se refroidir linéairement pendant une période d'environ 16 heures jusqu'à une température de 24°C
- 25 approximativement pour former des cristaux et,
- d) collecter, filtrer et sécher le mélange après exécution de l'étape (c).

16. Procédé selon la revendication 15 caractérisé en ce qu'il comporte en outre, une étape de tri des cristaux par leurs dimensions après le séchage de l'étape (d).

17. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que l'alcool est de l'éthanol.

- 14 -

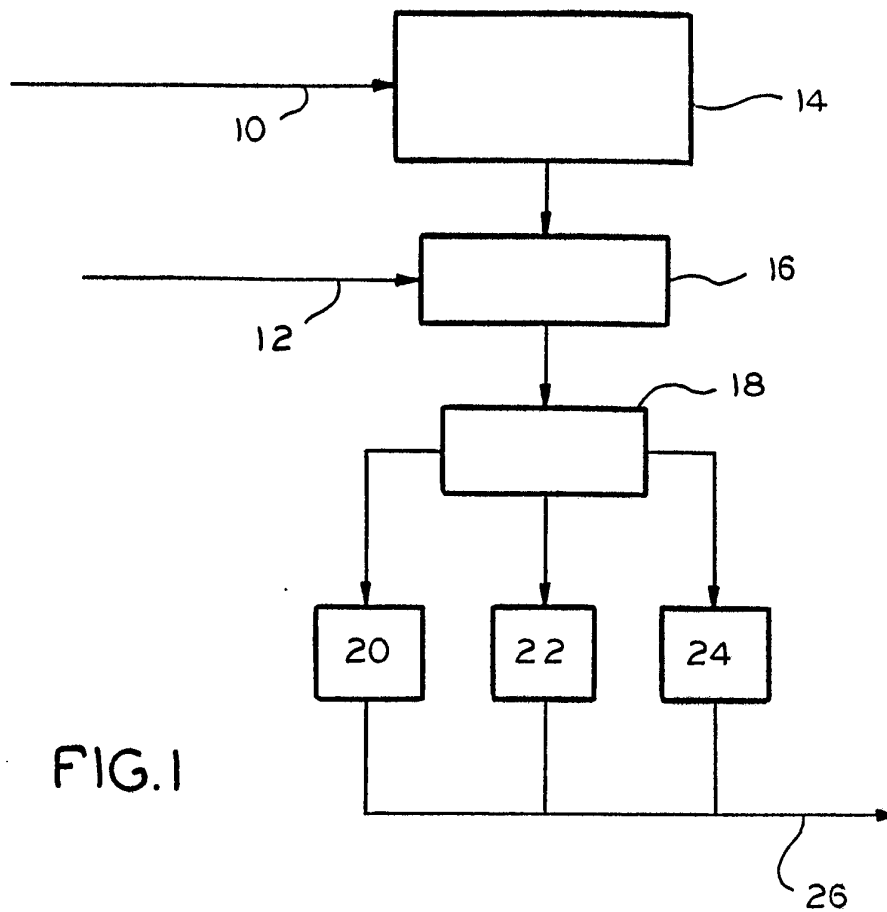


FIG. 1

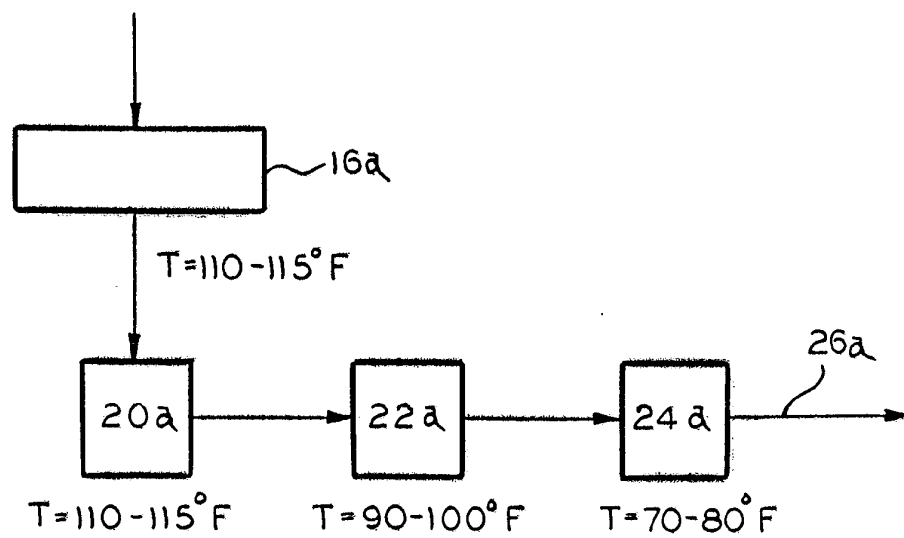


FIG. 2

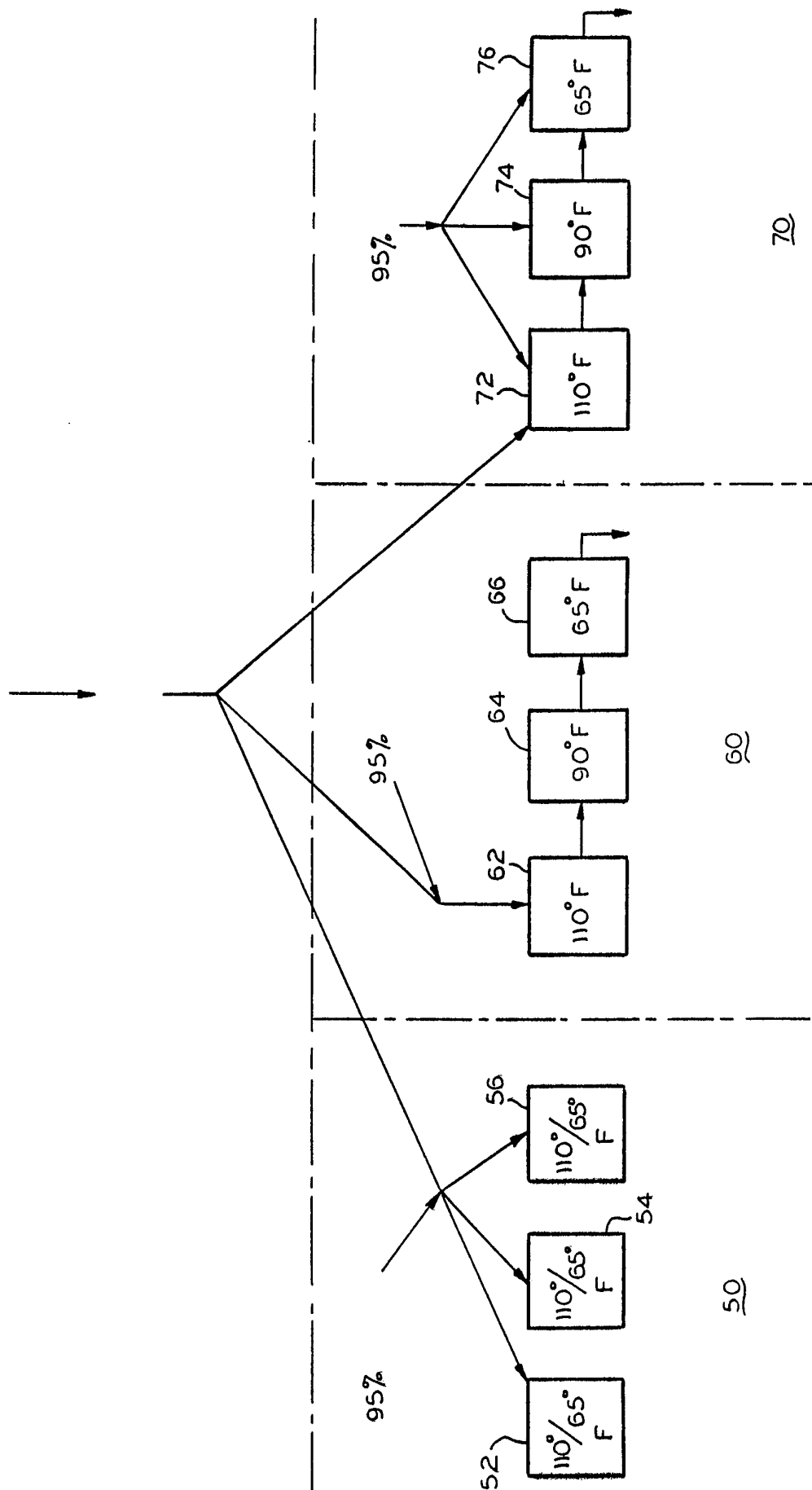


FIG. 3



Office européen
des brevets

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

Numero de la demande
nationale

BE 8901277
BO 2038

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	EP-A-0116389 (TATE & LYLE) * revendications *	1	C13K11/00
D	& US-A-4710231 ---		
A	EP-A-0155803 (A.E. STALEY) * revendications *	1	
D	& US-A-4724006 ---		
A	EP-A-0156571 (A.E. STALEY) * revendications *	1	
D	& US-A-4724006 ---		
D,A	US-A-3883365 (K.H. FORSBERG) * le document en entier *	1	
A	EP-A-0195610 (TATE & LYLE) * revendications *	1	
A	EP-A-0013014 (CHIMICASA) * revendications *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
D	& US-A-4199374 ---		
A	US-A-4666527 (Y. ITO) * revendications * -----	1	C13K C13F
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
LA HAYE		09 NOVEMBRE 1990	
VAN MOER A.M.J.			
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul			
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie			
A : arrière-plan technologique			
O : divulgation non-écrite			
P : document intercalaire			
I : théorie ou principe à la base de l'invention			
F : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date			
D : cité dans la demande			
I : cité pour d'autres raisons			
.....			
& : membre de la même famille, document correspondant			

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

BE 8901277
BO 2038

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets. 09/11/90

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A-0116389	22-08-84	AU-A- 2314384	12-07-84
		CA-A- 1245645	29-11-88
		GB-A, B 2133796	01-08-84
		JP-A- 59162900	13-09-84
		US-A- 4710231	01-12-87
EP-A-0155803	25-09-85	US-A- 4643773	17-02-87
		US-A- 4724006	09-02-88
		CA-A- 1235696	26-04-88
		CA-A- 1232902	16-02-88
		DE-A- 3562489	09-06-88
		DE-A- 3564132	08-09-88
		EP-A, B 0156571	02-10-85
		JP-A- 61158992	18-07-86
		JP-A- 61158993	18-07-86
EP-A-0156571	02-10-85	US-A- 4643773	17-02-87
		US-A- 4724006	09-02-88
		CA-A- 1235696	26-04-88
		CA-A- 1232902	16-02-88
		DE-A- 3562489	09-06-88
		DE-A- 3564132	08-09-88
		EP-A, B 0155803	25-09-85
		JP-A- 61158992	18-07-86
		JP-A- 61158993	18-07-86
US-A-3883365	13-05-75	AU-A- 7649374	01-07-76
		BE-A- 824362	02-05-75
		CA-A- 1030533	02-05-78
		CH-A- 596318	15-03-78
		DE-A, C 2502558	31-07-75
		FR-A, B 2259151	22-08-75
		GB-A- 1456260	24-11-76
		JP-A, B, C 50105842	20-08-75
		NL-A- 7417006	30-07-75
		SE-B- 434407	23-07-84
		SF-A- 7500717	29-07-75
EP-A-0195610	24-09-86	GB-A, B 2172288	17-09-86
		US-A- 4861382	29-08-89

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

BE 8901277
BO 2038

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets. 09/11/90

Page 2

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A-0013014	09-07-80	US-A- 4199374 CA-A- 1113462	22-04-80 01-12-81
US-A-4666527	19-05-87	JP-A- 60118200	25-06-85