

①2

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

②1 Numéro de dépôt: **79400997.7**

⑤1 Int. Cl.³: **C 11 B 1/10, B 01 D 11/02**

②2 Date de dépôt: **10.12.79**

③0 Priorité: **11.12.78 FR 7834794**

⑦1 Demandeur: **AGENCE NATIONALE DE VALORISATION DE LA RECHERCHE (ANVAR), 13, rue Madeleine Michéls, F-92522 Neuilly-sur-Seine (FR)**

④3 Date de publication de la demande: **25.06.80 Bulletin 80/13**

⑦2 Inventeur: **Martel, Jean-Pierre, "La Pastorale", F-06250 Mougins (FR)**

⑧4 Etats contractants désignés: **CH DE GB IT NL**

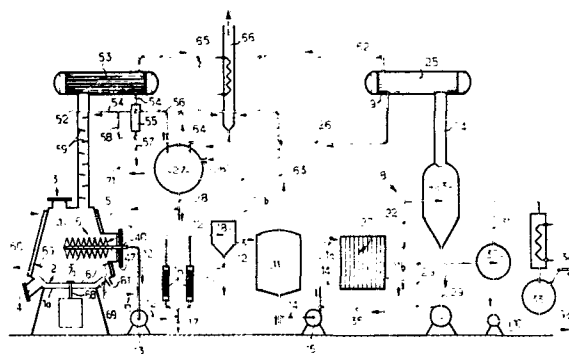
⑦4 Mandataire: **Weinstein, Zinovi et al, Cabinet Z. WEINSTEIN 20, Avenue de Friedland, F-75008 Paris (FR)**

⑤4 **Procédé et installation d'extraction de principes solubles de matières premières, par exemple de graines et produits obtenus par ce procédé.**

⑤7 L'invention concerne un procédé et une installation de traitement de matière première à l'aide d'un agent d'extraction pour en extraire les principes solubles dans celui-ci.

Cette installation comprend une capacité (1) pourvue de moyens de brassage et broyage (2), de moyens d'amenée (3) et de soutirage (4) de la matière première; de moyens d'amenée (5) d'agent d'extraction, de moyens de soutirage (6) du miscella formé comprenant un filtre (7), au moins un appareil (8) de séparation des principes solubles du miscella comprenant une sortie (9, 9a) d'agent d'extraction et une sortie (10) des principes solubles sensiblement dépourvus d'agent d'extraction.

L'invention permet notamment d'extraire les huiles grasses à partir de graines de plantes, avec une durée d'extraction réduite de 2 à 5 fois par rapport aux procédés et dispositifs antérieurs.



EP 0 012 687 A1

TITRE MODIFIÉ
voir page de garde

-1-

Procédé et installation d'extraction de principes
solubles de matières premières, par exemple de graines

La présente invention a essentiellement pour objet un
procédé de traitement de matière première, notamment
un végétal ou une partie de celui-ci, par exemple ses
graines, à l'aide d'un agent d'extraction pour en
5 extraire les principes solubles dans celui-ci ainsi
qu'une installation pour la mise en oeuvre dudit
procédé.

On connaît déjà divers procédés et appareils de traite-
10 ment de végétaux à l'aide de solvant pour en extraire
les principes solubles dans celui-ci, selon lesquels on
applique le principe de SOXHLET (renouvellement du sol-
vant grâce à l'évaporation de la liqueur d'extraction).

15 Ainsi, selon un appareil d'extraction d'un type perfec-
tionné, on charge les végétaux après les avoir préala-
blement découpés de manière à obtenir un chargement
régulier et homogène. On introduit ensuite du solvant
dans la capacité puis on effectue une agitation soit à
20 l'aide d'une pompe, soit à l'aide d'agitateur afin de
favoriser les contacts solides/liquides pour permettre
l'extraction des principes solubles des végétaux dans
le solvant.

25 Après un certain temps d'agitation, on arrête l'agita-

-2-

tion et on extrait la liqueur d'extraction, ou miscella, formée par le solvant comportant les principes solubles des végétaux, notamment par filtration. Cette filtration est par exemple réalisée à l'aide d'un filtre
5 flottant à la surface du liquide par lequel on aspire le miscella sous l'effet du vide et qui accompagne le niveau de liquide dans sa descente jusqu'à la masse solide décantée. Enfin, on évapore le solvant du miscella dans une installation séparée, ce qui permet
10 d'obtenir un extrait contenant les principes solubles desdits végétaux.

On répète plusieurs fois cette opération jusqu'à atteindre le degré d'épuisement voulu des végétaux, grâce au
15 solvant provenant de l'évaporation.

Cependant, cette technique d'extraction n'est pas entièrement satisfaisante et présente divers inconvénients majeurs qui sont les suivants :

- 20 - la découpe des végétaux, ou de la matière première en général, est réalisée à l'extérieur de la capacité ce qui comporte des risques d'oxydation à l'air libre;
- il faut réaliser des immersions et vidanges périodiques alternées, ce qui donne également lieu à des
25 risques d'aération, tandis que le fonctionnement présente l'inconvénient d'être cyclique;
- dans le cas d'agitation du solvant par rapport à la charge solide à l'aide d'une pompe, le problème majeur consiste à retenir les matières solides qui sont
30 entraînées;
- dans tous les cas, la filtration du miscella ne peut avoir lieu qu'après avoir réalisé une décantation naturelle de la matière solide, ce qui implique l'arrêt de l'agitation, il en résulte que l'opération ne peut
35 être que séquentielle;

-3-

- même dans le cas de l'emploi d'un filtre flottant, celui-ci présente une surface filtrante limitée par rapport au volume à filtrer puisqu'elle croît en raison du carré du diamètre tandis que le volume de la capacité croît en raison du cube de son diamètre (le diamètre du disque filtrant est légèrement inférieur à celui de la cuve). Il en résulte que les risques de colmatage sont assez importants. D'autre part, cette situation est aggravée par le fait que ce sont les particules solides les plus fines qui décantent le moins vite et ces particules vont donc constituer en priorité le "gâteau du filtre", ce qui est un facteur de colmatage rapide.
- 15 En outre, dans le cas de l'emploi de ce filtre flottant, le miscella doit être aspiré par sa tubulure supérieure ce qui pose des problèmes sérieux lorsqu'il s'agit de solvants à tension de vapeur élevée et en particulier des solvants chauds par le fait que l'on va aspirer de la vapeur, ce qui donne lieu à des effets de cavitation;
- 20 - l'emploi d'un filtre flottant n'est pas du tout adapté au cas de solides flottants au repos sur un solvant dense;
- le solvant est en général évaporé du miscella dans des chaudières discontinues, ce qui présente l'inconvénient majeur de soumettre les principes solubles à l'action de la chaleur pendant un temps relativement long, les principes solubles n'étant obtenus qu'en fin de cycle opératoire. Enfin, le volume de solvant en service est élevé, compte tenu de la capacité de la chaudière de distillation s'ajoutant à celle de l'extraction.
- 25
30

En outre, avec de tels extracteurs connus à fonctionnement périodique, l'alimentation de la chaudière est

discontinue ce qui impose une surveillance et un ajustement des conditions de marche (par exemple variations brutales de niveau et de surface de chauffe).

- 5 On doit noter que certaines installations comportent une alimentation constante et continue de la chaudière d'évaporation mais ces conditions ne sont pas suffisantes pour qualifier l'évaporateur de "continu", dans la mesure où un volume appréciable de miscella (principes solubles + solvant) séjourne en permanence dans
10 la zone chauffée de la chaudière.

La présente invention a donc pour but d'éliminer les inconvénients précités en fournissant une solution
15 qui permet d'obtenir rapidement les principes solubles d'une matière première, notamment un végétal ou une partie de celui-ci, par exemple ses graines, dès le début de l'opération d'extraction tout en évitant les cheminements préférentiels de l'agent d'extraction dans
20 la masse à extraire, ladite solution permettant en outre d'améliorer de manière importante les contacts solides/liquides, la séparation du miscella à partir des solides et enfin la séparation des principes solubles de l'agent d'extraction. De préférence, cette
25 solution doit être de conception simple.

Cette solution consiste, selon la présente invention, en un procédé de traitement de matière première, notamment un végétal ou une partie de celui-ci, par exemple
30 ses graines, à l'aide d'un agent d'extraction pour en extraire les principes solubles dans celui-ci, caractérisé en ce que on charge la matière première en vrac dans l'agent d'extraction; on effectue un brassage vigoureux et/ou broyage de la matière première pour
35 la disperser dans l'agent d'extraction et réaliser la dissolution des principes solubles de la matière première dans

celui-ci pour former ainsi un miscella; sensiblement
simultanément auxdits brassage et broyage, on filtre
le miscella que l'on envoie à une zone de séparation
dans laquelle on traite le miscella pour séparer de
5 l'agent d'extraction les principes solubles que l'on
recueille.

Avantageusement, le traitement précité du miscella est
un traitement d'évaporation par lequel on obtient,
10 après condensation, l'agent d'extraction comme fraction
de tête et les principes solubles de la matière première,
ou extrait, comme fraction de fond ou de queue.

Selon une caractéristique particulière de ce procédé,
15 le traitement du miscella est réalisé en continu, de
même que l'opération de filtration du miscella est
avantageusement réalisée en continu.

Selon une autre caractéristique de ce procédé, on charge
20 en continu de l'agent d'extraction vierge en quantité
suffisante pour compenser la quantité de miscella
filtrée, l'agent d'extraction étant de préférence au
moins partiellement constitué par l'agent d'extraction
séparé du miscella que l'on recycle.

25 Selon encore une autre caractéristique de ce procédé,
le débit horaire de renouvellement en agent d'extraction
vierge est approximativement égal à 1,5 à 3 fois
la charge initiale d'agent d'extraction, et le rapport
30 en poids agent d'extraction/matière première est de
préférence compris entre 0,5 et 5 et, davantage de
préférence entre 1 et 2.

Selon une caractéristique particulièrement avantageuse
35 de ce procédé, on peut emmagasiner le miscella filtré
dans une zone de stockage prévue en amont de la zone de

-6-

séparation et l'agent d'extraction séparé du miscella peut également être emmagasiné pour former une réserve d'agent d'extraction.

5 Selon encore une caractéristique particulière de ce procédé, en fin d'extraction, on arrête la charge d'agent d'extraction vierge et on filtre sensiblement complètement le miscella de la matière première. Avantageusement, après filtration de ce miscella on effec-
10 tue au moins une opération de rinçage de la matière première comprenant la charge d'agent d'extraction vierge, le brassage de la matière première pendant une période de temps prédéterminée réglable et, après ladite période de temps, la filtration du miscella
15 décanté.

Comme agent d'extraction, on peut citer l'eau, tout solvant polaire ou non polaire, alcoolique ou non, ou leurs mélanges, c'est-à-dire tout mélange de solvants
20 entre eux ou avec de l'eau et à la limite, simplement de l'eau.

La présente invention concerne également une installation pour le traitement de matière première, notamment
25 un végétal ou une partie de végétal, par exemple ses graines, à l'aide d'un agent d'extraction pour en extraire les principes solubles dans celui-ci, caractérisé en ce qu'elle comprend au moins une capacité ou cuve d'extraction pourvue de moyens de brassage et/ou de
30 broyage de la matière première; de moyens d'amenée de la matière première; de moyens de soutirage de la matière première; de moyens d'amenée de l'agent d'extraction; de moyens de soutirage du miscella formé par l'agent d'extraction et les principes solubles de la matière pre-
35 mière, comprenant au moins un filtre disposé à un niveau pour lequel il est en permanence immergé en

-7-

marche continue; au moins un appareil de séparation des principes solubles du miscella, comprenant une sortie d'agent d'extraction et une sortie de principes solubles sensiblement dépourvus d'agent d'extraction.

5

Avantageusement, l'appareil de séparation comprend au moins un appareil d'évaporation de l'agent d'extraction du miscella et au moins un appareil de condensation pour condenser les vapeurs d'agent d'extraction sortant en tête de l'appareil d'évaporation.

Selon une caractéristique particulière de cette installation, le filtre immergé comprend une pluralité d'éléments filtrants disposés sur un tube perforé connecté à l'appareil de séparation. De préférence, le tube perforé est disposé sensiblement horizontalement dans la capacité et est monté avantageusement sur un tampon de visite de la capacité.

20 Selon un mode de réalisation particulièrement avantageux, les éléments filtrants sont constitués par des disques à profil approximativement lenticulaire, lesdits disques étant coaxiaux au tube perforé précité. Ainsi, le tube perforé étant disposé horizontalement dans la capacité, les surfaces filtrantes des disques constituant les éléments filtrants sont verticales ce qui diminue grandement le risque de colmatation d'autant plus qu'il se produit en général une auto-décolmatation par turbulence du milieu solide/liquide, avantageusement cette installation comprend des moyens d'entraînement en rotation du filtre autour de son axe longitudinal.

Selon une autre caractéristique de cette installation, celle-ci comprend une cuve de stockage du miscella filtré, connectée à la capacité et comportant une

-8-

conduite d'alimentation en miscella de l'appareil de
séparation précité, ainsi qu'une cuve de réserve
d'agent d'extraction connectée à la sortie d'agent
d'extraction de l'appareil de séparation précité. De
5 même, la capacité peut comprendre avantageusement une
cheminée ou colonne de mise à l'atmosphère, de préfé-
rence avec condenseur et garde.

Ainsi, grâce au procédé et à l'installation de la
10 présente invention, on obtient une extraction très
rapide des principes solubles de la matière première,
en particulier d'un végétal ou d'une partie de celui-ci,
dès le début du cycle d'extraction, c'est-à-dire que
la mise en fonctionnement est très rapide et la
15 qualité de l'extrait excellente. En outre, le charge-
ment des matières premières est rapide étant donné que
la matière première est chargée en vrac. D'autre part,
la séquence de fonctionnement de l'évaporateur corres-
pond à celle de la capacité d'extraction, ce qui per-
20 met de supprimer les temps morts. En outre, l'invention
permet d'obtenir une proportion maximum du solvant en
service au contact de la matière première à extraire
ce qui résulte en une économie substantielle d'énergie
calorifique.

25 Un autre avantage consiste en la possibilité d'obtenir,
selon la présente invention, des fractions successives
de principes solubles ou extrait étant donné que la
récupération de ces principes solubles est réalisée
30 dès que le début de l'extraction. L'invention permet
également d'extraire par émulsification dans l'eau,
tandis que le rapport des densités matière première/
solvant est indifférent pour la mise en oeuvre de la
présente invention.

35

D'autres buts, caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront plus clairement à la lumière de la description explicative qui va suivre faite en référence à un mode de réalisation actuellement préféré de l'installation selon la présente invention, donné simplement à titre d'exemple et qui ne saurait en aucune façon limiter la portée de la présente invention. Ce mode de réalisation est représenté dans les dessins annexés, et dans lesquels :

10

La figure 1 représente schématiquement un mode de réalisation d'une installation selon l'invention; la figure 2 représente de manière agrandie, avec arrachement partiel, les moyens de soutirage du miscella comportant un filtre composé d'éléments filtrants, représentés schématiquement à la figure 1; la figure 3 représente en élévation et en coupe partielle un élément filtrant du filtre représenté aux figures 1 et 2; et la figure 4

15

20

représente une courbe d'extraction en fonction du temps, le taux d'extraction étant représenté en ordonnées et en pourcentage tandis que le temps est mentionné sur l'axe des abscisses.

25 En référence à la figure 1, une installation selon la présente invention comprend essentiellement au moins une capacité ou cuve d'extraction 1 pourvue de moyens de brassage et/ou de broyage 2 de la matière première; de moyens d'amenée 3 de la matière première; de moyens

30

de soutirage 4 de la matière première; de moyens d'amenée 5 de l'agent d'extraction; de moyens de soutirage 6 du miscella formé par l'agent d'extraction et les principes solubles de la matière première, comprenant au moins un filtre 7 disposé à un niveau pour lequel il est en

35

permanence immergé; au moins un appareil de séparation 8 des principes solubles du miscella, comprenant une

sortie 9, 9a d'agent d'extraction et une sortie 10 de principes solubles ou extraits, sensiblement dépourvus d'agent d'extraction.

5 Selon une caractéristique avantageuse, cette installation comprend une cuve de stockage 11 du miscella filtré en 7, connectée par une conduite 12, comportant par exemple une pompe 13, à la capacité 1, et comportant
10 une conduite d'alimentation 14, avec par exemple également une pompe 15, de l'appareil de séparation 8.

Selon une autre caractéristique de cette installation, on peut interposer sur la conduite 12 un système de filtration fine 16, avantageusement réalisé en duplex
15 pour permettre un nettoyage alterné des filtres ou à décolmatage par exemple par commande externe, manuelle ou automatique, périodique ou continue, afin d'éliminer les fines particules solides qui auraient pu être entraînés au travers du filtre immergé 7. Ce système
20 de filtration 16 peut comporter une sortie de vidange 17. D'autre part, un système de décantation 18 peut être interposé sur la conduite 12 entre le système de filtration 16 et la cuve de stockage 11, ce système de
25 décantation 18 comportant une sortie 19 de l'eau (en particulier provenant de l'humidité de la matière première) ou autre fraction séparée par décantation du miscella.

Selon une autre caractéristique particulière de cette
30 installation, l'appareil de séparation 8 comprend au moins un appareil d'évaporation formé, dans l'exemple représenté, par un échangeur de chaleur 20 dont le circuit de fluide chauffant 21a, 21b est alimenté par exemple en vapeur ou eau chaude, cet échangeur de
35 chaleur 20 étant couplé par une conduite 22 à un cyclone 23 de détente dont le sommet communique par une

-11-

colonne 24 avec un appareil de condensation 25 dont la sortie n'est autre que la sortie 9 d'agent d'extraction qui communique avantageusement, par une tuyauterie 26, avec une cuve de réserve 27 d'agent d'extraction qui
5 est reliée par une conduite 28 au moyen d'amenée 5 d'agent d'extraction dans la capacité 1.

D'autre part, le cyclone de détente 23 comporte à sa base une sortie de miscella concentré comportant en
10 majorité les principes solubles de la matière première à extraire, connecté par une conduite 29, dans l'exemple représenté, à un appareil d'évaporation 30 fonctionnant sous vide poussé et comportant une sortie 31 d'agent d'extraction pourvue d'un condenseur 32 et d'un
15 piège à vide 33 dont la sortie est constituée par la sortie 9a de l'agent d'extraction, cette sortie 9a pouvant également être reliée à la cuve de réserve 27, le vide étant réalisé par la conduite 34 aboutissant au piège 33.

20 D'autre part, la sortie de l'appareil d'évaporation sous vide 30 n'est autre que la sortie 10 en principes solubles ou extraits que l'on recueille.

25 La conduite 29 peut également comporter une tuyauterie de recyclage 35 de concentré à l'échangeur de chaleur 20 et au cyclone de détente 23.

Selon une autre caractéristique particulièrement avan-
30 tageuse de la présente invention, le filtre 7 comprend une pluralité d'éléments filtrants 7a, disposés sur un tube perforé 40, avec lequel ils communiquent, comme représenté à la figure 2, ledit tube perforé 40 étant connecté à l'appareil de séparation 8 par la conduite
35 12. Avantageusement, les éléments filtrants 7a sont constitués par des disques à profil approximativement

- lenticulaire, comme on le voit bien aux figures 2 et 3. A la figure 3, on peut voir que chaque disque constituant l'élément filtrant 7a comporte une enveloppe extérieure 41, de chaque côté du disque, constituée
- 5 par une toile métallique, de préférence inoxydable, de mailles adaptées à la finesse de filtration désirée. Ces enveloppes 41 sont séparées par un élément de
- 10 séparation 42 comportant des épaulements 43 et sont fixées sur une partie centrale 44 comportant des orifices 45 de communication avec le tube perforé 40. La
- partie externe des enveloppes 41 est maintenue dans un sertissage 46 de façon à donner un profil en V dont la pointe est dirigée vers l'extérieur du disque 7a.
- 15 Selon une caractéristique avantageuse, le tube perforé 40 est disposé sensiblement horizontalement dans la capacité 1 et est monté de préférence sur un tampon 47 de visite de la capacité 1. D'autre part, cette installation comprend avantageusement des moyens 48 d'entraî-
- 20 nement en rotation du filtre 7 autour de son axe longitudinal. Bien entendu, pour permettre ce mouvement en rotation du filtre 7, l'installation comporte divers systèmes de roulement 49 et de connexion 50 permettant
- 25 la rotation du tube perforé 40 relativement au tampon de visite 47 et donc à la capacité 1 et d'autre part, relativement à la conduite 12. Le tube perforé 40 comporte par exemple une poulie 51 entraînée par un moteur, non représenté.
- 30 On doit noter que dans certains cas où la portée du tube perforé 40 est trop importante, on prévoit dans la capacité 1 un système de support de l'extrémité libre 40a du tube perforé 40.
- 35 Selon une autre caractéristique de cette installation, la capacité 1 comprend une cheminée ou colonne 52 dont

-13-

l'extrémité supérieure, opposée à la capacité 1, est
avantageusement connectée à un condenseur de sécurité
53 comportant de préférence un circuit de retour 54
des condensats dans la cheminée 52. Ce circuit de re-
5 tour des condensats peut comporter un appareil de
décantation 55 permettant de séparer l'agent d'extrac-
tion qui est recueilli par une conduite 56 dans la
cuve de réserve 27 tandis que cet appareil de décan-
tation 55 comporte une sortie 57 en condensat autre que
10 l'agent d'extraction avec éventuellement une conduite
de recyclage 58 communiquant avec le circuit 54.

La capacité 1 comprend de préférence des moyens 60 de
régulation de la température à l'intérieur de la
15 capacité 1 et/ou des moyens 61 d'injection de gaz
inertes, ou de vapeur d'eau, à l'intérieur de la
capacité 1. La cheminée ou colonne 52 peut comprendre
des chicanes 59 par exemple inclinées, évitant l'entraî-
nement de particules solides. Par ailleurs, l'appareil
20 de séparation 8, les cuves de stockage 11 et de résér-
ve 27 ainsi que le condenseur de sécurité 53 peuvent
être reliés par diverses conduites 62, 63, 64, 65 à
un condenseur de garde 66 et/ou tout piège sec ou humi-
de assurant la mise à l'atmosphère de l'installation.

25 Les moyens de brassage et/ou de broyage 2 comprennent
avantageusement un turbo-défibreur ou turbo-dilacéra-
teur 67 à arbre 68 d'entraînement court disposé avanta-
geusement à la base 1a de la capacité 1, tandis que la
30 capacité 1 peut comprendre des déflecteurs 69 anti-
vortex.

On prévoit également une conduite 70 faisant communi-
quer la partie inférieure de la capacité 1 à la condui-
35 te 12 afin de permettre l'extraction du miscella lorsque
celui-ci a une densité supérieure à celle de la matière

première à extraire, ainsi qu'une conduite 71 de recyclage de l'agent d'extraction de la cuve de réserve 27 à la cheminée ou colonne 52 par la conduite 58.

5 On peut également prévoir une conduite 12b avant la cuve de stockage 11, après le système de décantation 18, faisant communiquer la conduite 12 avec la cuve de réserve 27 afin d'envoyer directement l'agent d'extraction filtré en fin d'extraction, notamment lors
10 des rinçages, dans la cuve de réserve 27 car on peut considérer que cet agent d'extraction est pratiquement vierge, ce qui évite de le soumettre à l'appareil de séparation 8. D'autre part, la cuve de réserve 27 peut comporter également une entrée 26' permettant de rajou-
15 ter de l'agent d'extraction frais dans l'installation.

On doit noter que le filtre 7 peut être constitué par une crépine et peut être disposé à l'extérieur de la capacité 1, par exemple à l'intérieur de la conduite 12
20 ou à l'intérieur d'un réservoir interposé sur la conduite 12 sans modifier le fonctionnement de l'installation.

On doit noter encore que le filtre 7 est, dans l'exemple représenté, avantageusement disposé approximative-
25 ment à mi-hauteur de la capacité 1 de façon à être en permanence immergé. De manière générale, pour que le filtre 7 soit en permanence immergé, celui-ci doit être disposé à un niveau compris entre un niveau bas corres-
pondant au niveau maximal atteint par la matière pre-
30 mière imbibée d'agent d'extraction et un niveau haut correspondant à la limite d'immersion du filtre dans l'agent d'extraction. En modifiant le nombre d'éléments filtrants 7a et le nombre de filtres 7, on peut modifier la capacité filtrante de l'installation à volonté,
35 en fonction du débit de circulation à assurer.

Le fonctionnement de cette installation ci-dessus décrite est le suivant en référence plus particulièrement à la figure 1 :

5 On charge dans la capacité 1 par les moyens d'aménée 3 une quantité prédéterminée de matière première, cette quantité étant par exemple pour un réacteur de 1000 litres, constituée par 250 kg de tourteaux de colza mis en vrac, ayant environ 12 % de principes solubles
10 ou huile. On amène par les moyens d'aménée 5 une quantité prédéterminée d'agent d'extraction, cette quantité étant par exemple constituée de 500 litres d'hexane, de façon à occuper les $\frac{3}{4}$ du volume total de la capacité 1. On doit noter qu'on peut aussi bien introduire
15 d'abord l'agent d'extraction puis la matière première. Dans tous les cas, on obtient une charge de matière première en vrac dans l'agent d'extraction.

Lorsque le volume de la matière première mise en vrac
20 dans la capacité 1 est trop important ou lorsque la matière première se présente sous forme très fine ou très dure, on peut effectuer un broyage partiel ou pré-broyage à sec lors de la charge, c'est-à-dire avant l'introduction de l'agent d'extraction.

25 On doit noter que le volume de l'agent d'extraction à introduire dépend de la matière première à traiter. Ce volume est déterminé par des essais préalables qui ont donné le rapport minimum en poids agent d'extraction/
30 matière première compatible avec une extraction très rapide des principes solubles de la matière première et avec une fluidité adéquate du mélange. En général, le rapport en poids agent d'extraction/matière première est compris entre 0,5 et 5 et de préférence entre 1 et
35 2. En pratique, le rapport agent d'extraction/matière première est avantageusement compris entre 1 et 2

-16-

lorsque l'agent d'extraction est constitué par un solvant autre que l'eau et est compris entre 2 et 4 lorsque l'agent d'extraction est constitué par l'eau. Dans cet exemple, ce rapport en poids est de 1,32, la densité de l'hexane étant égale à 0,66 .

Après la fermeture des moyens d'amenée 3, on met en route les moyens de brassage et/ou de broyage 2 afin d'effectuer un brassage vigoureux et/ou broyage de la matière première pour la disperser dans l'agent d'extraction et réaliser la dissolution des principes solubles de la matière première dans celui-ci pour former ainsi un miscella.

15 Sensiblement simultanément auxdits brassage et broyage, on filtre le miscella, par les moyens de soutirage 6 comprenant le filtre 7 par la conduite 12, que l'on envoie à la cuve de stockage 11. Ce miscella est ensuite transmis par la conduite 14 et la pompe 15 à l'appareil de séparation 8 où il est chauffé dans l'échangeur de chaleur 20 et ensuite détendu dans le cyclone 23 où l'agent d'extraction, c'est-à-dire dans le cas présent l'hexane, est vaporisé et est condensé dans l'appareil de condensation 25 pour être ensuite recueilli dans la cuve de réserve 27 par la tuyauterie 26. Les principes solubles de l'agent d'extraction comportant également des traces d'agent d'extraction forment un concentré qui est envoyé par la conduite 29 à l'appareil d'évaporation sous vide poussé 30 qui permet de séparer complètement l'agent d'extraction par la conduite 31 et de l'envoyer éventuellement par la conduite 9a à la cuve de réserve 27, tandis que les principes solubles de la matière première, c'est-à-dire dans ce cas l'huile de colza, sont récupérés par la conduite 10.

35 Une partie du concentré obtenu dans le cyclone de détente 23 peut être recyclée par la conduite 35 pour

le resoumettre au traitement de séparation.

Avantageusement, le traitement du miscella dans l'appareil de séparation 8 est réalisé en continu, ce fonctionnement en continu étant aisé à réaliser grâce aux
5 cuves de stockage 11 et de réserve 27 qui font fonction de cuves tampon. D'autre part, l'opération de filtration du miscella par les moyens de soutirage 5 est également avantageusement réalisée en continu.

10

Dans ce dernier cas, on charge de préférence en continu de l'agent d'extraction vierge dans la capacité 1 en quantité suffisante pour compenser la quantité de miscella filtrée, l'agent d'extraction étant de préférence au moins partiellement constitué par l'agent
15 d'extraction séparé du miscella que l'on recycle par la tuyauterie 26 dans la cuve de réserve 27. De préférence, le débit horaire de renouvellement en agent d'extraction vierge est approximativement égal à 1,5 à 3 fois
20 la charge initiale d'agent d'extraction. Ainsi, dans le cas présent, le débit horaire de renouvellement en hexane peut varier entre 750 litres à l'heure et 1500 litres à l'heure. Ainsi, la capacité évaporatoire horaire de l'appareil de séparation 8 est également de
25 1,5 à 3 fois la charge initiale d'agent d'extraction.

On continue le soutirage du miscella et son traitement de séparation avec renouvellement de l'agent d'extraction jusqu'au temps t_V pour lequel on obtient une
30 extraction très rapide des principes solubles de la matière première, économiquement rentable, ce temps t_V pouvant correspondre par exemple à un taux d'extraction de 93 % (voir figure 4). Dans le cas de l'extraction de 250 Kg de tourteaux de colza par 500 litres d'hexane,
35 ce temps t_V est de l'ordre de 80 minutes et on a obtenu à cet instant t_V 27,9 kg d'huile de colza.

Dès l'instant t_v , on est en fin d'extraction continue. On arrête alors la charge d'agent d'extraction vierge par les moyens d'aménée 5 et on filtre sensiblement complètement le miscella, par le filtre 7, de la matière
5 première, ceci étant rendu possible par la position précitée du filtre 7.

Selon une variante, sensiblement simultanément à l'arrêt de la charge d'agent d'extraction, on arrête
10 le brassage et/ou broyage de la matière première, ce qui permet d'effectuer une décantation de la matière première et de soutirer la couche d'agent d'extraction surnageante.

15 De préférence, après filtration complète du miscella on effectue au moins une opération de rinçage de la matière première comprenant une nouvelle charge d'agent d'extraction vierge par les moyens d'aménée 5, le brassage de la matière première par les moyens 2
20 pendant une période de temps prédéterminée réglable qui est par exemple de cinq minutes et, après ladite période de temps, on effectue la filtration du miscella, notamment à l'aide de la pompe 13.

25 Les cuves de stockage 11 et de réserve 27 sont particulièrement utiles pour cette phase de rinçage final, qui est discontinue. En extraction continue elles sont pratiquement vides.

30 Enfin, après filtration du miscella, on chauffe la matière première, soit indirectement par les moyens de chauffe 60, soit directement par injection de gaz inerte chaud, ou de vapeur d'eau, à l'intérieur de la capacité 1, pour chasser l'agent d'extraction restant dans la
35 matière première par la colonne 52. L'agent d'extraction étant condensé par le condenseur et récupéré par la conduite 56 dans la cuve de réserve 27. On doit

noter que pendant cette opération de chauffage de la matière première, on effectue avantageusement simultanément un brassage de la matière première par les moyens 2. Dans ce cas, le brassage accélère l'enlèvement de l'agent d'extraction et on le poursuit jusqu'à l'obtention de la phase pulvérulente.

Enfin après cette opération de rinçage, (ou plusieurs opérations de rinçage si cela est nécessaire), pour extraire pratiquement la totalité des principes solubles, c'est-à-dire par exemple un taux d'extraction de 96%, on soutire la matière première par les moyens de soutirage 4, cette opération étant avantageusement favorisée par le brassage de la matière première par les moyens 2. Dans le cas présent (figure 4), la durée totale de l'extraction est d'environ 100 minutes (tf), suivie de 60 minutes pour la distillation, soit un total de 2,40 heures, ce qui correspond à 28,8kg d'extrait d'huile.

On doit noter que la présence de la colonne 52 permet de recueillir les vapeurs d'agent d'extraction formées pendant l'opération de brassage et/ou de broyage, ce qui constitue une sécurité de fonctionnement. Par ailleurs, la présence de chicanes 59 dans cette colonne permet d'empêcher l'entraînement de matière première dans celle-ci. Cet empêchement est favorisé par un recyclage de condensats par le circuit 54 (eau décantée) ou une injection d'eau ou encore par un recyclage d'agent d'extraction depuis la réserve 27 par la conduite 71.

Enfin, selon une variante, on peut utiliser deux capacités 1 en parallèle sur la cuve de stockage 11, ce qui permet de faire fonctionner une capacité en extraction continue, tandis que l'autre capacité effectue les

opérations de rinçage et d'enlèvement final de l'agent d'extraction, ce qui permet d'augmenter encore le rendement de l'installation, pour une même capacité de l'évaporateur.

On doit noter que la température de l'agent d'extraction dans la capacité 1 peut être réglée par deux moyens : la température de condensation de l'agent d'extraction vierge recyclé peut être prédéterminée par simple réglage de la température de fonctionnement de l'appareil de condensation 25 de l'appareil de séparation 8, ou bien on peut contrôler cette température d'extraction en chauffant ou refroidissant la capacité 1 grâce aux moyens 60. D'autre part, dans le cas de matière première plus légère que l'agent d'extraction, le miscella est soutiré par la conduite 70 et filtré par les appareils de filtration 16 qui assurent sa clarification avant de l'envoyer à l'appareil de séparation 8. On doit noter encore que cet appareil de séparation 8 peut être constitué par une colonne de distillation ou tout autre appareil permettant de séparer les principes solubles dans l'agent d'extraction à partir dudit agent d'extraction.

L'invention permet d'aboutir à une importante diminution de la durée du cycle d'extraction, les durées d'extraction étant divisées par des facteurs compris entre 2 et 4. Ceci est principalement dû à l'augmentation et à l'amélioration considérables des contacts solides/liquides, grâce à la dilacération de la matière première et à la turbulence des particules dans la masse liquide réalisée par les moyens 2, à la richesse accrue du miscella en équilibre avec la matière à extraire et à un renouvellement rapide du solvant.

D'autre part, on obtient une optimisation de la quantité

des extraits, c'est-à-dire des principes solubles, par un temps de séjour limité dans la capacité 1, les principes solubles étant produits dès le début du cycle; ainsi qu'un temps de séjour dans l'appareil de séparation 8, en particulier dans l'évaporateur, réduit au
5 minimum, grâce au principe du fonctionnement continu. Par ailleurs, les opérations sont réalisées complètement à l'abri de l'air et à des températures rigoureusement fixées. On peut en outre mettre la capacité 1 sous atmosphère constituée de gaz inerte.

10 Enfin, on obtient un fonctionnement simple, stable et automatique étant donné que le niveau et les débits restent constants tout au long du cycle. En définitive, seule la décantation et l'enlèvement final de l'agent
15 d'extraction imposent une intervention. Ainsi, les séquences peuvent être entièrement automatisées par un programmeur en réglant aisément les paramètres de l'extraction qui jouent sur la qualité de l'extrait obtenu en 10, constitués principalement par la vitesse
20 de rotation des moyens de brassage 2, le temps de contact agité dans la capacité 1 et la température d'extraction dans cette capacité 1. D'autre part, dans le cas où l'agent d'extraction est sans danger, les tourteaux peuvent être évacués imprégnés d'agent d'ex-
25 traction et celui-ci peut être enlevé sur une autre installation, fonctionnant en discontinu ou en continu.

Un avantage également important de l'invention consiste dans le fait que ce fonctionnement en continu permet
30 de produire des fractions successives de principe solubles ou d'extraits ce qui est particulièrement intéressant lorsque ces fractions présentent des compositions ou qualités différentes.

35 L'invention s'applique à toute matière première comportant des principes solubles, notamment un végétal ou

une partie de celui-ci. L'invention est en outre particulièrement adaptée aux matières premières très divisées, c'est-à-dire à structure fine, voire pulvérente, formant des bouchons ou des chemins préférentiels pour l'agent d'extraction. On peut par exemple extraire les huiles grasses à partir des graines de végétaux. On peut également extraire des oléorésines à partir d'épices tels que le poivre, la vanille, etc..., on peut aussi extraire les concrètes à partir de fleurs, etc..., ainsi que les fractions protéiniques à partir de plantes en utilisant dans ce dernier cas un agent d'extraction constitué par de l'eau ayant un pH adéquat connu dans la technique. On peut également l'utiliser pour extraire des principes pharmacodynamique.

15 Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée au mode de réalisation décrit et représenté qui n'a été donné qu'à titre d'exemple. Ce filtre ou crépine 7 peut être monté rotatif autour de son axe longitudinal avec un couteau râcleur fixé en dessous et à demeure sur la capacité 1. Ce filtre ou crépine 7 peut être également monté télescopiquement sur la capacité 1 de manière à pouvoir être retiré au moins partiellement de la capacité 1 au début du broyage de la matière première pour éviter de l'endommager lorsque cette matière première est dure. De même, la surface filtrante du filtre ou de la crépine 7 peut être constituée par un enroulement de fil métallique de profil spécial soudé par points sur des générations de cylindre pour le cas où des solides trop gros ou trop durs auraient tendance à endommager les garnitures de toile métallique. La surface active serait réduite dans ce cas mais on peut compenser cette réduction par l'emploi de plusieurs crépines 7 prévues à différents niveaux. En particulier, elle comprend tous les moyens constituant des équivalents techniques des moyens décrits, ainsi que leurs

combinaisons, si celles-ci sont exécutées suivant son esprit et mises en oeuvre dans le cadre des revendications qui suivent.

Revendication de brevet

1. Procédé de traitement de matière première, notamment un végétal ou une partie de celui-ci, par exemple ses
5 graines, à l'aide d'un agent d'extraction pour en extraire les principes solubles dans celui-ci, caractérisé en ce qu'on charge la matière première en vrac dans l'agent d'extraction; on effectue un brassage vigoureux et/ou broyage de la matière première pour
10 la disperser dans l'agent d'extraction et réaliser la dissolution des principes solubles de la matière première dans celui-ci pour former ainsi un miscella; sensiblement simultanément auxdits brassage et broyage, on filtre le miscella que l'on envoie à une zone de sépa-
15 ration dans laquelle on traite le miscella pour séparer de l'agent d'extraction les principes solubles que l'on recueille.

2. Procédé selon la revendication 1,
20 caractérisé en ce que le traitement précité du miscella est un traitement d'évaporation par lequel on obtient, après condensation, l'agent d'extraction comme fraction de tête et les principes solubles de la matière première, ou extraits comme fraction de fond.

25
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le traitement précité du miscella est réalisé en continu et en ce que l'opération de filtration du miscella est avantageusement réalisée
30 en continu.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on charge de l'agent d'extraction vierge en continu en quantité suffisante pour compenser
35 la quantité de miscella filtré, l'agent d'extraction étant de préférence au moins partiellement constitué par l'agent d'extraction séparé du miscella que l'on

recycle.

5. Procédé selon la revendication 4,
caractérisé en ce que le débit horaire de renouvellement en agent d'extraction vierge est approximativement
5 égal à 1,5 à 3 fois la charge initiale d'agent d'extraction, et le rapport en poids agent d'extraction/
matière première est de préférence compris entre 0,5
et 5 et davantage de préférence entre 1 et 2.

10

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce qu'on emmagasine le miscella filtré
dans une zone de stockage prévue en amont de la zone
de séparation, l'agent d'extraction séparé du miscella
15 est également emmagasiné pour former une réserve d'agent
d'extraction.

7. Procédé selon l'une des revendications 4 à 6,
caractérisé en ce que, en fin d'extraction continue,
20 on arrête la charge d'agent d'extraction vierge; sensiblement simultanément à l'arrêt de la charge d'agent
d'extraction, on arrête le brassage et/ou broyage de
la matière première, on filtre le miscella décanté de
la matière première puis, après filtration du miscella,
25 on effectue au moins une opération de rinçage de la
matière première comprenant la charge d'agent d'extraction vierge, le brassage de la matière première pendant
une période de temps prédéterminée réglable et, après
ladite période de temps, la filtration du miscella
30 décanté.

8. Procédé selon la revendication 7,
caractérisé en ce que, après filtration du miscella
décanté, on chauffe la matière première pour chasser
35 l'agent d'extraction restant dans celle-ci, et on
effectue avantageusement simultanément un brassage

-3-

de la matière première.

5 9. Installation pour le traitement de matière première, notamment un végétal ou une partie de végétal, par exemple ses graines, à l'aide d'un agent d'extraction pour en extraire les principes solubles dans celui-ci, en particulier pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins une capacité ou cuve d'extraction pourvue de moyens de brassage et/ou de broyage de matière première; de moyens d'amenée de la matière première; de moyens de soutirage de la matière première; de moyens d'amenée de l'agent d'extraction; de moyens de soutirage du miscella
10 formé par l'agent d'extraction et les principes solubles de la matière première, comprenant au moins un filtre ou crépine disposé à un niveau pour lequel il est en permanence immergé; au moins un appareil de séparation des principes solubles du miscella, comprenant une
15 sortie d'agent d'extraction et une sortie de principes solubles sensiblement dépourvus d'agent d'extraction.
20

25 10. Installation selon la revendication 9, caractérisée en ce que l'appareil de séparation comprend au moins un appareil d'évaporation de l'agent d'extraction du miscella et au moins un appareil de condensation des vapeurs d'agent d'extraction sortant en tête de l'appareil d'évaporation.

30 11. Installation selon la revendication 9 ou 10, caractérisée en ce que le filtre ou crépine comprend une pluralité d'éléments filtrants disposés sur un tube perforé avec lequel ils communiquent, connecté à l'appareil de séparation précité.
35

12. Installation selon la revendication 11,

-4-

caractérisée en ce que le tube perforé est disposé sensiblement horizontalement dans la capacité et est monté de préférence sur un tampon de visite de la capacité.

- 5 13. Installation selon la revendication 11, caractérisée en ce que le tube perforé est disposé en dehors de la capacité et en amont de l'appareil de séparation précité.
- 10 14. Installation selon la revendication 11, 12 ou 13, caractérisée en ce que les éléments filtrants sont constitués par des disques à profil approximativement lenticulaire, lesdits disques étant coaxiaux au tube perforé précité.
- 15 15. Installation selon l'une des revendications 11 à 14, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens d'entraînement en rotation du filtre autour de son axe longitudinal.
- 20 16. Installation selon l'une des revendications 9 à 15, caractérisée en ce qu'elle comprend une cuve de stockage du miscella filtré connectée à la capacité et comportant une conduite d'alimentation en miscella de l'appareil de séparation précité; en ce qu'elle comprend également une cuve de réserve d'agent d'extraction connectée à la sortie d'agent d'extraction de l'appareil de séparation précité.
- 25 17. Installation selon l'une des revendication 9 à 16, caractérisée en ce que la capacité comprend une cheminée ou colonne de mise à l'atmosphère.
- 30 18. Installation selon la revendication 17, caractérisée en ce que l'extrémité supérieure de la cheminée, opposée à la capacité, est connectée à un
- 35

condenseur de sécurité comportant de préférence un circuit de retour des condensats dans ladite cheminée.

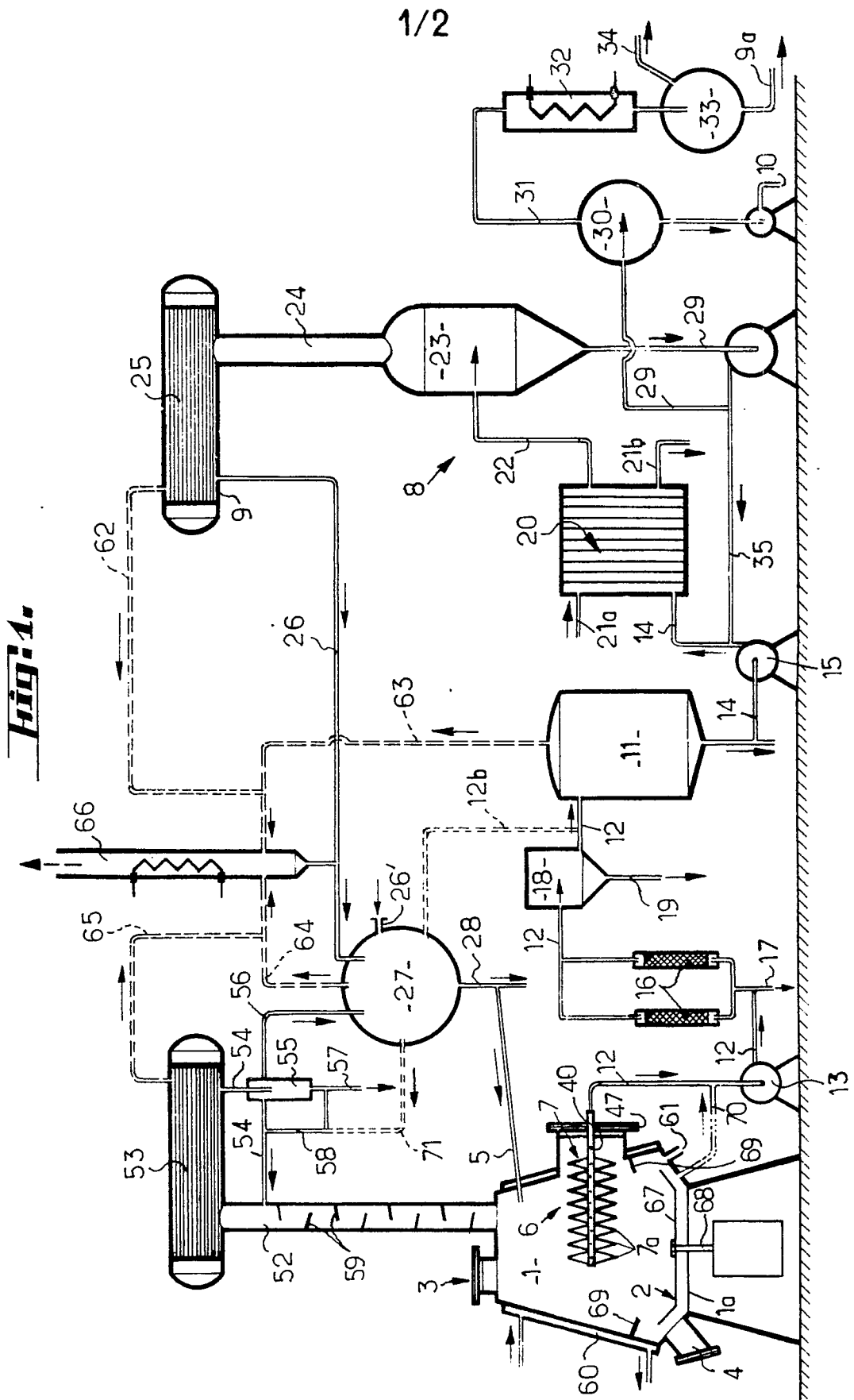
5 19. Installation selon l'une des revendications 9 à 18, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens de régulation de la température à l'intérieur de la capacité et/ou des moyens d'injection de gaz inertes ou de vapeur d'eau, à l'intérieur de la capacité.

10 20. Installation selon l'une des revendications 17 à 19, caractérisée en ce qu'elle comprend une conduite de recyclage de l'agent d'extraction à la capacité et/ou à la cheminée de mise à l'atmosphère.

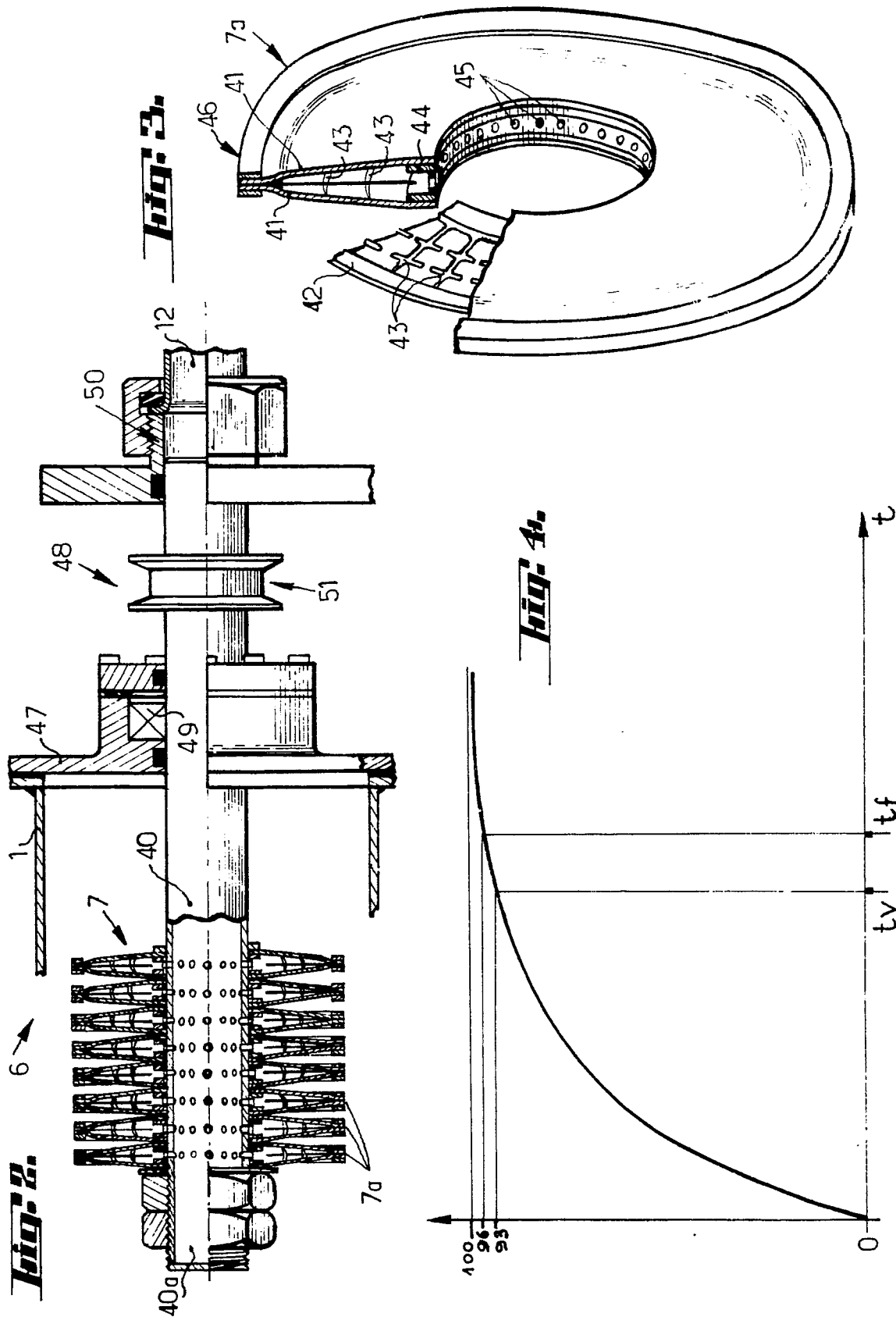
15 21. Installation selon l'une des revendications 9 à 20, caractérisée en ce que les moyens de brassage et/ou de broyage comprennent un turbo-défibreux ou turbo-dilacérateur à arbre d'entraînement court, disposé
20 avantageusement à la base de la capacité, en ce que la capacité comprend des déflecteurs anti-vortex.

22. Installation selon l'une des revendications 16 à 21,
25 caractérisée en ce qu'elle comprend un appareil de filtration fine du miscella filtré de la capacité, divers appareils de décantation notamment en amont de la cuve de stockage du miscella et sur le circuit de retour des condensats du condenseur de sécurité.

30 23. Produits, notamment principes solubles, caractérisés en ce qu'ils sont obtenus par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8.



2/2



0012687



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 79 40 0997

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE Int. Cl. ¹⁾
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
	FR - A - 2 388 881 (MARTEL) * Document complet, notamment page 11, lignes 9-19 *	1-4,7-10,13,16-19,21,22	C 11 B 1/10 B 01 D 11/02
	--		
	FR - A - 2 353 321 (SOMCI) * Page 5, lignes 31-35; page 7, ligne 27 - page 8, ligne 27; revendication 1; figures 1,3 *	1,3,9	
	--		
	FR - A - 1 053 938 (GRIGNON) * Revendications; figure 2 *	1,9,19	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. ¹⁾
	--		B 01 D 11/00 11/02 33/26
	FR - A - 1 395 067 (COSTR. MECC. BERNARDINI) * Revendications; figure 2 *	11,12,14,15	C 11 B 1/10
	--		
A	US - A - 3 519 401 (HELLMAN)		
A	US - A - 3 261 672 (HEINRICH)		

			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES
			X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
			&: membre de la même famille. document correspondant
<input checked="" type="checkbox"/> Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examineur	
La Haye	11-02-1980	HILD	