(11) **EP 2 166 072 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication: **24.03.2010 Bulletin 2010/12**

(51) Int Cl.: C11B 7/00 (2006.01)

C11B 15/00 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: 09165771.8

(22) Date de dépôt: 17.07.2009

(84) Etats contractants désignés:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO SE SI SK SM TR

(30) Priorité: 17.07.2008 BE 200800401

(71) Demandeur: Contifrac Sprl 6032 Charleroi (BE)

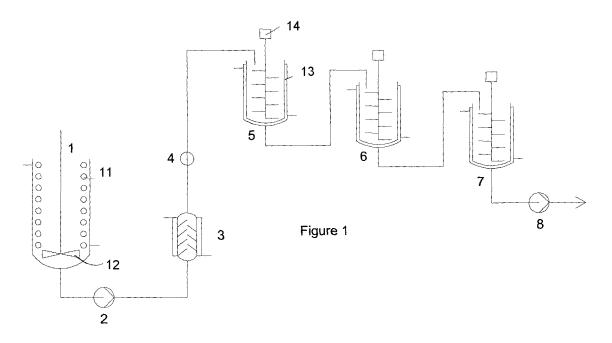
(72) Inventeur: **Deffense**, **Etienne 6032**, **Charleroi** (**BE**)

(74) Mandataire: Colens, Alain M.G.M.
Office Hanssens Colens
Square Marie Louise 40
Bte 19
1000 Bruxelles (BE)

(54) Procédé de cristallisation continu avec ensemencement pour corps gras

(57) L'invention concerne un procédé de cristallisation en continu des huiles/graisses comportant les étapes successives de fusion complète de la matière grasse; Pré-refroidissement de celle-ci à une température de supersaturation dans un réacteur équipé d'un système de refroidissement ou échangeur; ensemencement en continu d'un flux de graisse liquide dans un petit réacteur ou une tuyauterie, soumis à l'action d'un émetteur ultrasons

de 20 à 50 W et d'une fréquence de 20 à 40 KHz, et enfin transfert en continu de la matière grasse dans un arrangement présentant une température décroissante par paliers. Les cristalliseurs sont de petits cristalliseurs placés en série avec agitation mécanique ou injection d'un gaz tel que l'azote. Le temps de résidence est de préférence compris entre 30 et 60 min dans chaque cristalliseur.



EP 2 166 072 A1

20

30

40

DOMAINE DE L'INVENTION

[0001] La cristallisation fractionnée des corps gras a pour objectif de cristalliser une graisse pour en séparer une fraction solide riche en triglycérides (TG) saturés appelée stéarine d'une fraction liquide à bas point de fusion appelée oléine. La cristallisation fractionnée, appelée plus généralement fractionnement à sec c'est-à-dire sans solvant ou additif est une technologie couramment utilisée pour les graisses de palme, de beurre et animales, les huiles partiellement hydrogénées, huile de poisson et bien d'autres. Pour le fractionnement à sec par exemple, la graisse de palme, semi-solide dans les pays tropicaux, est séparée en deux nouvelles fractions de plus grande valeur ajoutée que la graisse de départ : la stéarine utilisée en margarine et l'oléine utilisée comme huile de table et de friture. Dans le cas de la graisse de beurre, grâce au fractionnement à sec, il est possible de produire des stéarines ayant la même texture toute l'année indépendamment de la variation saisonnière de la matière grasse de départ et même de produire des beurres frigotartinables.

1

[0002] De façon générale, la graisse est complètement fondue et chauffée pour éliminer tous les cristaux et l'effet mémoire des cristaux. La graisse fondue est refroidie sous agitation et refroidissement contrôlé pour générer les premiers germes à partir des triglycérides à haut point de fusion. Ces semences grossissent pour former les cristaux de taille requise. Lorsque la cristallisation a progressé suffisamment pour permettre aux cristaux de grossir et de s'agglomérer, la suspension de cristaux ou stéarine est séparée de la partie liquide, l'oléine.

[0003] Traditionnellement, la séparation se faisait à l'aide d'un filtre sous vide, par exemple le filtre à tambour rotatif ou le filtre à bande continue, mais plus généralement à l'aide d'un filtre à membrane où après filtration sous pression, chaque gâteau de stéarine est compressé à l'aide d'un gaz ou d'un liquide. Ces derniers filtres, bien que discontinus par rapport aux filtres sous vide, offrent un meilleur rendement en oléine. D'autres moyens de séparation existent comme les super-décanteurs ou les les centrifugeuses.

[0004] En pratique, le fractionnement à sec est compliqué du fait que la formation des semences dépend de la présence de particules étrangères, des impuretés, de la température, de la super saturation de la graisse, de l'agitation, de la composition triglycéridique et de la qualité de la matière première si elle a été pré-raffinée ou raffinée complètement. La croissance des cristaux dépend du nombre de semences présentes et du degré de supersaturation de la graisse. Finalement la croissance des cristaux dépend aussi du polymorphisme (propriété qu'ont les triglycérides de cristalliser sous différentes formes cristallines de propriété physique différente) et de l'intersolubilité ou formation de cristaux mixtes.

[0005] Compte tenu de tous ces points, actuellement,

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

[0006] Il n'en reste pas moins que cette technique en batch est lente : elle nécessite de garder la matière grasse pendant plusieurs heures, en moyenne 8 à 10 heures, dans des cuves de 5 à 90 tonnes car la formation des germes, étape-clef de la réussite de la cristallisation nécessite beaucoup de temps. Actuellement la graisse de palme atteint une production mondiale annuelle de 40 millions de tonnes, dont une grande partie est valorisée par le fractionnement à sec. Il en résulte que les installations industrielles sont de plus en plus grandes et plus coûteuses.

[0007] La nucléation ou formation de germes est l'étape la plus critique de toute la cristallisation. Afin de créer les premiers germes à partir des TG à haut point de fusion, la température de la masse fondue est abaissée en dessous de son point de fusion (supersaturation). Comme la vitesse de nucléation augmente proportionnellement à l'abaissement de la température de la masse fondue, il en résulte par conséquent que les cristaux formés sont de plus en plus petits avec une forte augmentation de la viscosité de la suspension. D'où afin d'obtenir des cristaux d'une taille suffisante pour une bonne séparation, on doit limiter la quantité de germes formés et par conséquent diminuer la vitesse de nucléation. Industriellement cette opération est réalisée par un refroidissement lent et une agitation douce qui est l'étape la plus longue de la cristallisation.

ART ANTERIEUR

[0008] Les ultrasons ont déjà été utilisés pour la cristallisation de produits chimiques et en particulier des corps gras (EP 0957 953 A; US Patent 6630185). Le procédé décrit dans ce document est caractérisé en ce que le liquide cristallisé en batch est exposé aux ultrasons en absence de cavitation ("transient cavitation"), c'est à dire en utilisant une source d'ultrasons d'une intensité relativement faible. Ce document discute des critères pour estimer la présence ou l'absence du phénomène de cavitation.

[0009] Le document EP 0765605A1 décrit un « Process for accelerating the polymorphic transformation of edible fats using ultrasonication » dans lequel le beurre de cacao amené en surfusion d'environ 4°C est soumis aux ultrasons pour une durée et une fréquence apte à induire une nucléation de cristaux stables de polymorphisme béta. Ce procédé n'est cependant pas un procédé de fractionnement.

[0010] La cristallisation en continu a aussi été industrialisée (Société Bernardini -Italie) dans les années 80

mais sans succès. Faute d'une étape de nucléation ou ensemencement adéquate, ce procédé entraînait une nucléation spontanée conduisant à une formation de germes sur les parois, les agitateurs et les tuyauteries et donc un figeage complet.

[0011] Plus récemment Hartel (Continuous crystallization system with controlled nucleation for milk fat fractionation, October 31,2000 - PCT WO 98/51753) a décrit un système de cristallisation continu pour l'huile de beurre avec contrôle de la nucléation. L'étape de nucléation consiste à supersaturer le flux d'huile et à le faire passer dans un petit réacteur muni d'un agitateur à grande vitesse pour créer les semences. Bien que décrit à l'échelle pilote, un tel système est difficile à mettre en oeuvre industriellement et a été abandonné car il repose sur l'impact, ou l'énergie, apportée par l'agitateur en fonction de la graisse, qui est un produit naturel et dont le comportement varie d'une huile à l'autre.

[0012] La présente invention propose un procédé avantageux pour cristalliser la matière grasse en continu en utilisant un rayonnement ultrasonique pour la génération contrôlée de germes cristallins et passage par une série de cristalliseurs de petites dimensions par rapport au procédé "en batch", agités soit mécaniquement et/ou à l'aide d'un gaz.

DESCRIPTION DETAILLE DE L'INVENTION

[0013] Selon le procédé de la présente invention on provoque un ensemencement (nucléation ou formation de germes) contrôlé en continu permettant ainsi de réduire considérablement le temps nécessaire à l'étape de formation des germes. Il en résulte que le cycle de refroidissement réalisé actuellement en batch et habituellement prenant de 5 à 6 heures pour le procédé rapide et de 9 à 10 heures pour le procédé lent est ramené à un temps total de 2 à 3h 30 soit à un cycle 2 fois voire 3 fois plus court. La cristallisation continue comportant les étapes de chargement, de chauffage, de pré-refroidissement, d'ensemencement en continu et d'une cristallisation dans une série de cristalliseurs, de préférence des petits cristalliseurs, en cascade, ce qui permet d'obtenir un procédé beaucoup plus rapide. Les installations de fractionnement étant aussi plus compactes, le coût d'investissement est beaucoup plus faible.

[0014] On entend par petit cristalliseurs des cristalliseurs dont les dimensions sont significativement inférieures aux dimensions de cristalliseurs utilisés dans la méthode par batch de l'art antérieur pour une production équivalente. Par exemple on peut citer une capacité de 100 à 2.000 kg, par rapport à 1.000 à 60.000 kg dans une installation de l'art antérieur.

[0015] Selon un aspect de l'invention, le procédé de cristallisation en continu des huiles/graisses comporte les étapes successives :

fusion complète de la matière grasse, de préférence au dessus de 70°C,

- pré-refroidissement de celle-ci à une température de supersaturation, dans un réacteur muni d'un système de refroidissement ou échangeur tubulaire, statique ou à plaques.
- ensemencement en continu d'un flux de graisse liquide dans un petit réacteur ou une tuyauterie, soumis à l'action d'un émetteur ultrasons d'une puissance de 20 à 100W et une fréquence de 16 à 100 KHz. Le débit est de de 0 à 100 litres/heure pour l'unité 10 pilote et de 100 litres à 50 m3 / heure pour des unités industrielles.
 - transfert en continu de la matière grasse dans un arrangement ou circuit présentant une température décroissante.

[0016] La matière grasse est pré-refroidie de préférence rapidement jusqu'à sa zone de supersaturation, p.e. de 25 à 35°C.

[0017] La matière grasse est pré-refroidie de préférence durant 5 à 60 min jusqu'à sa zone de supersaturation. [0018] La température décroissante est avantageusement décroissante par palier, par exemple de 3 à 7°C et le temps de résidence dans un cristalliseur est typiquement de 30 à 60 min.

[0019] L'arrangement peut être constitué par de petits cristalliseurs placés en série et munis d'agitateurs et éléments de refroidissement. L'arrangement peut aussi être constitué par un seul cristalliseur permettant de procéder par paliers de température décroissante.

[0020] Dans un mode de réalisation, la matière grasse ensemencée est transférée par gravité dans les petits cristalliseurs placés en série. Les petits cristalliseurs peuvent être des récipients verticaux cylindriques munis d'un agitateur à pales, d'un ou plusieurs serpentins et éventuellement d'une jaquette, ou encore des récipients verticaux munis d'un agitateur concentrique muni d'une série de tubes en U servant à agiter et refroidir en même temps.

[0021] Selon l'invention, les petits cristalliseurs peuvent aussi être des récipients cylindriques ou cubiques équipés de rampes de distribution de gaz permettant d'agiter la masse ensemencée ou masse cristallisée soumise à une injection de gaz quelconque mais qui sera de préférence l'azote.

[0022] Selon l'invention, d'une façon générale, la graisse est chauffée, pré-refroidie p.e. via un économiseur, puis à l'aide d'échangeurs en continu, jusqu'à son point critique de surfusion ou supersaturation, soumise à une induction ultrasonique de façon à générer in situ 50 et en continu les germes cristallins.

[0023] La matière ensemencée est soit refroidie de facon contrôlée et en continu dans des échangeurs tubulaires ou à agitation statique ou à plaques soit dans une série de petits cristalliseurs munis d'agitateurs et d'un refroidissement adapté à chaque étape.

[0024] Dans la présente invention, le liquide amené en surfusion est soumis aux ultrasons au dessus du seuil de cavitation ou en présence de faible cavitation. La so-

40

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

Selon le procédé décrit, une partie aliquote de la matière grasse peut être soumise aux ultrasons et servir de mélange pour ensemencement.

[0025] Dans la présente invention, l'étape de nucléation est en effet beaucoup plus aisée car on peut contrôler avec précision la fréquence, l'intensité, les temps d'induction, la température d'induction et par voie de conséquence générer instantanément la quantité de germes nécessaire. Pour l'ensemencement des corps gras, on aura recours à une puissance minimale afin de ne pas refondre les germes immédiatement après leur formation. On pourra également ensemencer par trains d'ondes ou de façon discontinue afin de ne pas former trop de germes. Comme déjà évoqué, une partie du flux peut être soumis aux ultrasons et mélangé en continu au reste de la matière grasse.

[0026] L'invention sera davantage comprise à l'examen des figures dans lesquelles

la FIG.1 présentée à titre d'exemple uniquement dans laquelle on illustre schématiquement un mode de réalisation du procédé de l'invention.

la FIG. 2 ilustre schématiquement un autre mode de réalisation.

[0027] En se référant à la FIG. 1, on montre la cuve de stockage 1 avec son système de chauffage 11 et un agitateur 12. En 2 se trouve une pompe d'alimentation, en 3 un refroidisseur tubulaire avec mélangeur statique, en 4 le positionnement des cellule ultrasons, en 5, 6 et 7 des cristalliseurs munis d'une jaquette 13 et agitateur 14 à pales et en 8 une pompe d'alimentation du filtre à membrane ou séparateur non illustré.

[0028] Selon le schéma représenté à la figure 2, le procédé peut comporter en 25, 26 et 27 des petits cristalliseurs munis d'une jaquette ou de préférence de serpentins ou plaques de refroidissement. Chaque petit cristalliseur est équipé d'une rampe de distribution d'azote 55 permettant d'agiter la masse cristalline. Selon l'invention, de manière surprenante, la combinaison de l'ensemencement par ultrasons et l'agitation par un gaz permet d'obtenir non seulement des cycles rapides mais aussi des cristaux très réguliers avec de meilleurs rendements. [0029] De manière générale, la cristallisation sous agitation gazeuse, à notre connaissance non connue, présente un avantage supplémentaire par rapport à la cristallisation sous agitation mécanique : elle réduit considérablement la force de cisaillement, le « shearing » qui est un des obstacles majeurs à la cristallisation des corps gras. L'invention concerne donc également l'utilisation d'une agitation gazeuse pour la cristallisation de corps gras, en particulier la cristallisation fractionnée.

[0030] La cuve 27 servant de cuve-tampon pour le

chargement des filtres à membrane peut être sous agitation gazeuse ou mécanique. Le cheminement de la matière grasse de 25 à 27 peut aussi bien se faire par le bas que par le haut comme indiqué à la fig. 1 & 2. ou à l'aide d'une pompe.

[0031] La cristallisation peut être aussi réalisée en batch après une étape de chargement, de chauffage, de pré-refroidissement, d'ensemencement en continu. Dans ce cas, la matière ensemencée peut être cristallisée dans un seul récipient muni d'agitation et de refroidissement servant de batch et appelée cristallisation semi-continue.

[0032] Selon l'invention, le cycle mené de façon semi continue sera aussi rapide que si il était continu dans le cas où le récipient de refroidissement a toujours la même capacité.

[0033] Le procédé de l'invention peut être appliqué de manière générale à des matières grasses ou huiles tels que des triglycérides, des acides gras ou des esters d'acides gras. La matière grasse peut ainsi être une huile de palme, de graisse de beurre, de palmiste, de coprah, une huile de poisson, des huiles végétales partiellement hydrogénées, graisse de cacao ou toute autre graisse animale/végétale et toute fraction provenant des graisses mentionnées.La matière grasse peut être raffinée, semi-raffinée ou brute.

[0034] Pour les graisses telles que les graisses de coprah, de palmiste et fractions d'huile de palme qui forment un réseau cristallin conduisant à une masse cristalline plutôt qu'à une suspension de cristaux lors du refroidissement, contrairement au procédé décrit dans le brevetEP 01202906, elles seront préférentiellement ensemencées en continu et transférées dans un cristalliseur comprenant une série de chambres équipées d'un distributeur de gaz et d'au moins une surface de refroidissement. Les plaques équipées de parois refroidissantes qui constituent les chambres sont assemblées comme dans un filtre-presse. La matière grasse ensemencée et non cristallisée est transférée aisément dans un cristalliseur à chambres ou cristalliseur à plaques où elle est amenée rapidement à son point de solidification sous agitation gazeuse et refroidissement graduel. Suivant l'invention, la masse cristalline est maintenue de préférence 5 heures à 18°C avant d'être déchargée et transformée en pâte prête pour être pompée dans un filtre presse à mem-

[0035] L'invention sera également davantage comprise à l'examen des exemples de réalisation non-limitatifs qui suivent

EXEMPLE 1.

[0036] Cristallisation en continu d'une huile de beurre anhydre après ensemencement en continu à l'aide d'un émetteur à ultrasons.

[0037] La graisse a été fondue et maintenue au moins une heure à 70°C. Elle a été ensuite pompée et refroidie de 70 à 32°c et traitée en continu à un débit de 3 litres à

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

EXEMPLE 2.

[0038] L'huile de palme raffinée I.I. 53 (I.I. Indice d'Iode) traitée de la même façon que l'huile de beurre de l'exemple 1, fournit après filtration sur filtre presse à membrane à 6 Bar de compression une oléine de I.I. 58 avec un rendement de 82% et une stéarine de 32 I.I. et 52,4 °c de point de goutte. Le cycle total de refroidissement s'étend sur 140 min.

Exemple 3.

[0039] Une huile de palme raffinée I.I. 53 et cristallisée de façon identique à celle de l'exemple précédent, l'installation faisant cependant appel à une agitation sous azote comme indiqué à la figure 2, permet d'obtenir après filtration sur filtre à membrane et compression à 6 Bar une oléine de 58,6 I.I/ avec un rendement supérieur de 83,8 %. La stéarine obtenue avec 30.2 I.I présente un point de goutte de 53°C. Le temps total de refroidissement est de 160 min.

Exemple 4

[0040] La graisse de palmiste brute d'acidité 3,5 % et d'indice d'iode 17,5 est fondue à 70°C, pré-refroidie entre 24 et 25 °C, ensemencée de la même façon que l'huile de beurre de l'exemple 1, et transférée dans un cristalliseur comportant une série de chambres refroidies à 22°C et dans lesquelles la matière ensemencée est amenée rapidement à 18°C sous agitation d'azote. Après un maintien de 4 à 5 heures à 18°C, les chambres sont ouvertes et les gâteaux ainsi déchargés sont transformés en pâte suivant le procédé bien connu du crashing. La

pâte filtrée sur filtre presse à membrane à 28 Bar de compression fournit 37% de stéarine d'indice d'iode 6,8 et une oléine d'indice d'iode de 23,8.

Revendications

- Procédé de cristallisation de matière grasse comportant les étapes successives :
 - fusion complète de la matière grasse,
 - pré-refroidissement de celle-ci à une température de supersaturation, dans un réacteur éventuellement muni d'un système de refroidissement ou échangeur,
 - traitement par ultrasons pour provoquer un ensemencement, **caractérisé en ce que**
 - l'ensemencement est un ensemencement en continu d'un flux de ladite matière grasse , dans un petit réacteur ou une tuyauterie "on line", soumis à l'action d'un émetteur ultrasons, et **en ce que** la matière grasse est ensuite transférée en continu dans un arrangement présentant une température décroissante.
- Procédé selon la revendication 1 dans lequel l'intensité des ultrasons émis par l'émetteur est telle qu'un phénomène de cavitation est induit dans la matière grasse.
- Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel la température décroissante est décroissante par palier.
- 35 4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3 dans lequel l'arrangement ou circuit est constitué par des cristalliseurs placés en série comportant des moyens d'agitation et des éléments de refroidissement.
- 40 5. Procédé selon n'importe laquelle des revendications précédentes dans lequel l'arrangement est constitué par un seul cristalliseur apte à produire des paliers de température décroissante.
- 6. Procédé selon la revendication 3, 4 ou 5 dans lequel le décrément est de 3 à 7°C.
 - Procédé selon la revendication 4 dans lequel le temps de résidence dans un cristalliseur varie de 30 à 60 minutes.
 - Procédé selon n'importe laquelle des revendications
 à 6 où la fréquence ultrasonique est de 16 à 100
 KHz avec une zone préférentielle de 20 à 40 KHz.
 - 9. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 1 à 7 où la puissance de l'émetteur ultrasons est de 10 à 3000 W, de préférence de 20 à 50 W.

30

15

20

50

- **10.** Procédé selon n'importe laquelle des revendications précédentes dans lequel l'émetteur d'ultrasons est placé en ligne sur une tuyauterie.
- 11. Procédé selon n'importe laquelle des revendications 1-4 et 5-10 dans lequel la matière grasse ensemencée est transférée par gravité dans les petits cristalliseurs placés en série.
- **12.** Procédé selon n'importe laquelle des revendications précédentes dans lequel l'huile ensemencée est agitée par un gaz, de préférence l'azote pour diminuer le taux de cisaillement.
- **13.** Procédé selon n'importe laquelle des revendications précédentes dans lequel le flux est de 100 litres à 50 m³ par heure.
- **14.** Procédé selon n'importe laquelle des revendications 1 à 12 dans lequel le flux est de 1 à 100 litres par 20 heure.

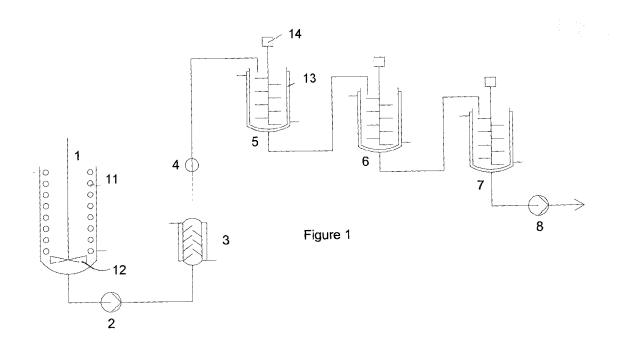
30

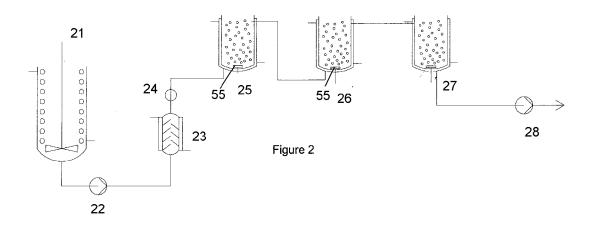
35

40

45

50







RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande EP 09 16 5771

DO	CUMENTS CONSIDER	ES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Citation du document avec des parties pertin	indication, en cas de besoin, entes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	PLC [GB]; LEVER HIN 24 janvier 2002 (20 * page 2, ligne 28 * page 7, ligne 5-2	DUSTAN LTD [ÍN]) 02-01-24) - page 4, ligne 11 *	1-14	INV. C11B7/00 C11B15/00
X	INC [US]) 2 avril 1	- page 6, ligne 40;	1-14	
D,A	WO 98/51753 A (WISC [US]) 19 novembre 1 * le document en en	998 (1998-11-19)	1-14	
A	WO 99/42545 A (CRYS SP [BE]; DEFFENSE E 26 août 1999 (1999- * le document en en	08-26)	1-14	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
Le pre	ésent rapport a été établi pour toι			
l	ieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
	Munich	2 février 2010	Ade	chy, Miriam
X : parti Y : parti autre A : arriè O : divu	ATEGORIE DES DOCUMENTS CITE culièrement pertinent à lui seul culièrement pertinent en combinaison document de la même catégorie re-plan technologique lgation non-écrite ument intercalaire	E : document de brev date de dépôt ou a	ret antérieur, mai après cette date nde raisons	s publié à la

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.

EP 09 16 5771

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

02-02-2010

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication	
WO 0205921	A	24-01-2002	AT AU CA CZ HU PL SK US	453440 7974001 2427623 20031463 0303707 363512 7392003 2002031577	A A1 A3 A2 A1 A3	15-01-2 30-01-2 24-01-2 14-01-2 29-03-2 29-11-2 07-10-2 14-03-2
EP 0765605	Α	02-04-1997	AT DE DE	216563 69526502 69526502	D1	15-05-2 29-05-2 21-11-2
WO 9851753	Α	19-11-1998	AU AU EP NZ	742221 7684898 0985005 500294	A A1	20-12-2 08-12-1 15-03-2 27-07-2
WO 9942545	Α	26-08-1999	EP	1056820	A1	06-12-2

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

EP 2 166 072 A1

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- EP 0957953 A [0008]
- US 6630185 B [0008]

- EP 0765605 A1 [0009]
- WO 9851753 A [0011]