

(19)



(11)

**EP 4 056 670 B1**

(12)

**FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:

**21.08.2024 Bulletin 2024/34**

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):  
**C11B 7/00 (2006.01)**

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):  
**C11B 7/0025**

(21) Numéro de dépôt: **21162465.5**

(22) Date de dépôt: **12.03.2021**

(54) **PROCEDE DE FRACTIONNEMENT D'UN EXTRAIT DE KARITE**

VERFAHREN ZUR FRAKTIONIERUNG EINES KARITÉ-EXTRAKTS

METHOD FOR FRACTIONATING A SHEA EXTRACT

(84) Etats contractants désignés:

**AL 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 RS SE SI SK SM TR**

(43) Date de publication de la demande:

**14.09.2022 Bulletin 2022/37**

(73) Titulaire: **Biosynthis**

**91410 Saint Cyr Sous Dourdan (FR)**

(72) Inventeur: **BERNOUD, Thierry**

**91410 SAINT CYR SOUS DOURDAN (FR)**

(74) Mandataire: **Tripoz, Inès**

**Cabinet Tripoz**

**Le Pôle Sud**

**22 rue Seguin**

**69002 Lyon (FR)**

(56) Documents cités:

**EP-A1- 3 587 543**

**US-A- 2 200 391**

**US-A- 2 352 546**

**US-A- 2 608 564**

**US-A1- 2015 264 956**

**EP 4 056 670 B1**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

## Description

- [0001]** L'invention concerne un procédé de fractionnement d'un extrait de karité permettant le fractionnement, la séparation et la récupération des deux factions constitutives du karité que sont l'oléine et la stéarine de karité.
- 5 **[0002]** On entend par extrait de karité, une matière issue du fruit ou des graines de karité. L'extrait de karité peut être obtenu par méthode traditionnelle, pression mécanique, extraction à froid et/ou extraction par solvants. Ces techniques sont détaillées dans le manuel des corps gras d'Alain KARLESKIND (TEC & DOCS, 1993).
- [0003]** De manière préférentielle, dans la présente demande, l'extrait de karité est un beurre de karité.
- 10 **[0004]** Au sens de la présente invention, un beurre de karité est un corps gras végétal solide à température ambiante, extrait du fruit ou des graines de karité, et qui fond à des températures voisines de celles de la peau.
- [0005]** Le beurre de karité utilisé dans la présente invention peut être obtenu par méthode traditionnelle, extraction par solvant et/ou extraction à froid.
- [0006]** Le beurre de karité utilisé dans la présente invention est de manière préférentielle raffiné et est issu de l'agriculture biologique certifié CEE/ NOP organic par FR-BIO-01 et ECOCERT SA.
- 15 **[0007]** Pour ce faire, le beurre de karité peut subir une étape de dégommeage, une étape de décoloration, une étape de désodorisation et/ou une étape de neutralisation.
- [0008]** L'étape de dégommeage, également appelée étape de démulcination permet d'ôter les latex du beurre végétal. En botanique, on appelle latex une substance liquide, à consistance plus ou moins épaisse, sécrétée par certaines plantes ou par certains champignons et circulant dans les canaux laticifères. Lors du raffinage, le beurre végétal brut est dégommé en mélangeant l'huile avec de l'eau ou de la vapeur et en faisant passer le mélange dans des centrifugeuses qui séparent le résidu gommeux de l'huile.
- 20 **[0009]** L'étape de décoloration permet d'éliminer les pigments colorés (chlorophylles et caroténoïdes), les savons résiduels, les traces de mucilage, des métaux lourds notamment par l'utilisation de terres activées. Les terres décolorantes sont généralement des argiles plastiques simplement séchées et finement broyées pour accroître leur surface de contact. On peut également utiliser des charbons activés.
- 25 **[0010]** L'étape de désodorisation est destinée à éliminer les substances odorantes (essentiellement les composés soufrés) de l'huile décolorée. Cette opération est couramment réalisée sous vide à haute température. Il s'agit, d'un entraînement à la vapeur d'eau sous vide de ces composés qui résultent de la dégradation de l'huile.
- [0011]** La neutralisation ou la désacidification consiste à éliminer les acides gras libres de l'huile démulcinée. Les techniques de neutralisation des huiles végétales les plus utilisées sont :
- 30
- La neutralisation chimique ou alcaline (par la soude ou par la chaux).
  - La neutralisation physique (par distillation).
- 35 **[0012]** Outre l'élimination des acides gras libres, la neutralisation permet d'éliminer la totalité des phospholipides, les traces de métaux et les produits dégradés par oxydation
- [0013]** Le beurre de karité utilisé dans la présente invention peut être un beurre de karité brut. On entend par beurre de karité brut un beurre de karité n'ayant subi aucune étape de raffinage.
- [0014]** On entend par procédé de fractionnement un procédé de séparation d'un mélange en plusieurs fractions successives dont les propriétés physiques sont différentes.
- 40 **[0015]** Dans le cas de la présente invention, le fractionnement consiste à séparer l'extrait de karité en fractions de caractéristiques physiques différentes. L'extrait de karité peut ainsi être séparé en une huile communément désignée comme la fraction d'oléine de karité et une fraction solide, la stéarine de karité, dont le point de fusion est plus élevé que l'extrait de karité de départ.
- 45 **[0016]** Au sens de la présente invention, la fraction d'oléine de karité est une fraction d'acides gras, liquide à température ambiante et dont le pourcentage massique en acide oléique est supérieur au pourcentage massique de chaque acide gras qui la compose. De manière plus précise, le pourcentage massique en acide oléique est d'au moins 50% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.
- [0017]** De manière analogue, la fraction de stéarine de karité est une fraction d'acide gras, solide à température ambiante et dont le pourcentage massique en acide stéarique est supérieur au pourcentage massique de chaque acide gras qui la compose. De manière plus précise, le pourcentage massique en acide stéarique est d'au moins 45% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité
- 50 **[0018]** Dans la présente demande un « pourcentage massique » est le rapport de la masse d'un premier composé par rapport à la masse totale d'un mélange de composés ou composition, ramené à un pourcentage.
- 55 **[0019]** De telles fractions végétales peuvent avoir divers usages dans l'industrie alimentaire et cosmétique.
- [0020]** Dans JP2011132207A, des compositions cosmétiques comprenant une matière première issue du beurre de karité ont été décrites.
- [0021]** Dans JP2016054675A, des compositions de crèmes comestibles (cafés, etc.) comprenant une matière première

issue du beurre de karité ont été décrites.

**[0022]** Dans WO2018226149 ou encore EP0460722A1, des équivalents de beurre de cacao comprenant de la stéarine de karité ont été divulgués.

**[0023]** Comme illustré dans US2015264956A1 et WO2011122278, les procédés usuels de fractionnement d'huiles végétales et notamment de beurre de karité peuvent comprendre plusieurs étapes de fractionnement et/ou de traitements supplémentaires.

**[0024]** Par ailleurs, la nature ou la quantité des solvants utilisés lors des procédés de fractionnement par solvant peuvent être inadaptées tant du point de vue économique que d'un point de vue toxicologique et environnemental.

**[0025]** Les solvants, les plus communément utilisés pour fractionner l'extrait de karité sont les solvants aliphatiques de type hexane ou de manière préférentielle l'acétone.

**[0026]** La demande EP18757927 divulgue des procédés de fractionnement effectués par ces deux types de solvant.

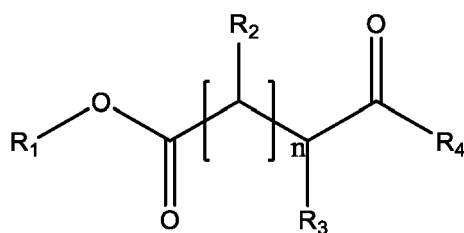
**[0027]** L'hexane est un solvant organique considéré comme toxique et est classé CMR de catégorie 2. De plus, au vu de ses propriétés physico-chimiques ce solvant présente un danger en manipulation et encore plus à l'échelle industrielle (point éclair-23,3°C / température d'auto-inflammation 233°C).

**[0028]** En revanche, l'acétone est un solvant volatil et inflammable (point éclair à - 18°C) très utilisé dans l'industrie chimique. Cependant, sa haute volatilité, nécessite dans les procédés industriels un volume de solvant pouvant être inadéquat d'un point de vue économique et environnemental.

**[0029]** La présente invention permet de fractionner directement sans traitement ultérieur, un extrait de karité à l'aide d'un système de solvant et de récupérer simultanément une fraction d'oléine de karité et de stéarine de karité, les deux fractions étant conformes aux exigences des réglementations de l'industrie cosmétique et alimentaire.

**[0030]** La présente invention est un procédé de fractionnement d'un extrait de karité comprenant au moins les étapes suivantes :

a) mélange et homogénéisation du beurre de karité à l'aide d'un système de solvants comprenant au moins un oxo-ester de formule I,



dans laquelle,

- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 8 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> identiques ou différents sont choisis dans le groupe constitué par l'atome d'hydrogène ou les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone; et
- n est un entier naturel compris entre 1 et 4.

b) obtention d'un mélange homogène,

c) refroidissement du mélange

d) filtration et élimination du système de solvant afin de récupérer les fractions d'oléine et de stéarine.

**[0031]** Dans un mode de réalisation, les solvants du système de solvants sont biosourcés. Au sens de la présente invention, on qualifie de biosourcé un composé ou une composition organique dont le carbone organique présent dans le composé ou la composition est d'origine végétale par une analyse au radiocarbone selon l'une des normes suivantes ASTM D6866, EN 16640 ou EN 16785-1.

**[0032]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est issu des graines de karité.

**[0033]** Dans un mode de réalisation préféré, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est un beurre de karité.

**[0034]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est un beurre de karité dit naturel.

**[0035]** Dans un mode de réalisation préféré, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité

est un beurre de karité raffiné.

**[0036]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est un beurre de karité raffiné ayant subi un raffinage comprenant une étape de dégommeage.

**[0037]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est un

beurre de karité raffiné ayant subi un raffinage comprenant une étape de décoloration.

**[0038]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est un

beurre de karité raffiné ayant subi un raffinage comprenant une étape de désodorisation.

**[0039]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est un

beurre de karité raffiné ayant subi un raffinage comprenant une étape de neutralisation.

**[0040]** Dans un mode de réalisation préféré, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'extrait de karité est un beurre de karité raffiné ayant subi les étapes de raffinage comprenant une étape de dégommeage, une étape de décoloration, une étape de désodorisation et une étape de neutralisation.

**[0041]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que dans le mélange homogène obtenu à l'étape b), défini par le ratio Y,

$$Y = \frac{\text{(Pourcentage massique d'un extrait de karité)}}{\text{(Pourcentage massique du système de solvant)}}$$

est d'au plus 1/1.

**[0042]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est d'au plus 1/2.

**[0043]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est d'au plus 1/3.

**[0044]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est d'au plus 1/5.

**[0045]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est compris entre 1/5 et 1/1.

**[0046]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est 1/1.

**[0047]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est 1/2.

**[0048]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est 1/3.

**[0049]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio Y est 1/4.

**[0050]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant est exempt de solvant catégorisé comme CMR.

**[0051]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant a un point éclair inférieur ou égal à 110°C mesuré selon la norme ATSM D93.

**[0052]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant a un point éclair inférieur ou égal à 100°C mesuré selon la norme ATSM D93.

**[0053]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant a un point éclair inférieur ou égal à 95°C mesuré selon la norme ATSM D93.

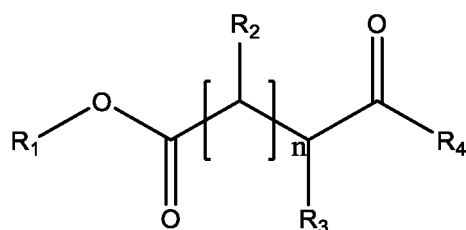
**[0054]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant a un point éclair inférieur ou égal à 90°C mesuré selon la norme ATSM D93.

**[0055]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant a une température d'ébullition inférieure ou égale à 250°C.

**[0056]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant a une température d'ébullition inférieure ou égale à 230°C.

**[0057]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant a une température d'ébullition inférieure ou égale à 210°C.

**[0058]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend au moins un oxo-ester de formule II :



Formule II

dans laquelle,

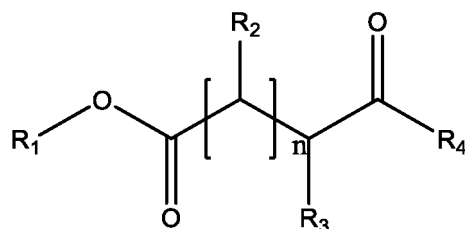
## EP 4 056 670 B1

- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> identiques ou différents sont choisis dans le groupe constitué par l'atome d'hydrogène ou les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone; et
- et n est un entier naturel compris entre 1 et 4.

5

**[0059]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend au moins un oxo-ester de formule III :

10



15

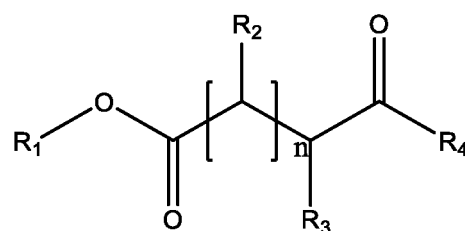
Formule III

- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub> et R<sub>3</sub> identiques ou différents sont choisis dans le groupe constitué par l'atome d'hydrogène, le groupement méthyl ou le groupement éthyl
- R<sub>4</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyls linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 3 atomes de carbone ;
- et n est un entier naturel compris entre 1 et 3.

20

**[0060]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend au moins un oxo-ester de formule IV :

25



30

Formule IV

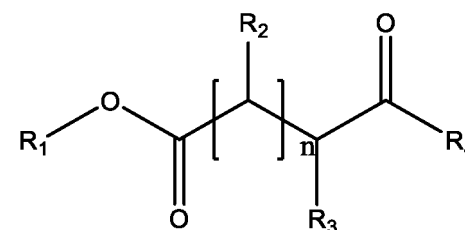
- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 8 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub> et R<sub>3</sub> sont un atome d'hydrogène
- R<sub>4</sub> est un groupement méthyl
- et n est égal à 1.

35

40

**[0061]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend au moins un oxo-ester de formule V :

45



50

Formule V

- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub> et R<sub>3</sub> sont un atome d'hydrogène
- R<sub>4</sub> est un groupement méthyl
- et n est égal à 1.

55

**[0062]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant est

constitué d'un oxo-ester seul ou en mélange.

**[0063]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester seul ou en mélange est choisi dans le groupe comprenant : le lévulinate de méthyle (CAS 624-45-3), le lévulinate d'éthyle (CAS 539-88-8), le lévulinate de propyle (645-67-0), le lévulinate d'isopropyle (CAS 21884-26-4), le lévulinate de butyle (CAS 2052-15-5), le lévulinate d'isobutyle (CAS 3757-32-2), le lévulinate de tert-butyle (CAS 2854-10-6), le lévulinate de s-butyle (CAS 85734-01-6), le lévulinate de penthyl (CAS 20279-49-6) le lévulinate d'hexyle (CAS 24431-34-3), le lévulinate d'octyl (CAS 41780-57-8), 2-Methyl-4-oxovaleric acid ethyl ester (CAS 4749-12-6), methyl-6-oxoheptanoate (CAS 2046-21-1), methyl 4-oxohexanoate (CAS 2955-62-6), methyl 5-oxohexanoate (CAS 13984-50-4), methyl 3-methyl -5-oxohexanoate (CAS 14983-18-7), 5-ketoanthic acid methyl ester (17745-32-3), methyl 3-methyl-4-oxopentanoate (CAS 25234-83-7), methyl 2-methyl-4 oxopentanoate (CAS 32811-25-9), 4-Oxo-5-methylhexanoic acid methyl ester (CAS 34553-37-2), pentanoic acid 2,3 dimethyl-4-oxo, methyl ester (CAS 35140-52-4), hexanoic acid, 4-methyl-5-oxo, methyl ester (CAS 36045-56-4), pentanoic acid 2-ethyl-4-oxo-methyl ester (CAS 62359-06-2), methyl 3-methyl-4-oxo-hexanoate (CAS 69448-35-7), hexanoic acid 2-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 38872-30-9), pentanoic acid 3-methyl-4-oxo ethyl ester (CAS 55424-74-3), hexanoic acid 2-ethyl-4-oxo methyl ester (CAS 75436-59-8), hexanoic acid, 2, 4-dimethyl-5-oxo methyl ester (CAS 93176-58-0), pentanoic acid-4-oxo-2-propyl-methyl ester (CAS 244196-06-3), hexanoic acid 2,5-dimethyl-4-oxo methyl ester (CAS 1249353-11-4), octanoic acid 4 oxo-methyl ester (CAS : 4316-48-7), heptanoic acid 2-methyl-6-oxo-methyl ester (CAS 2570-90-3), heptanoic acid 3-methyl 6-oxo methyl ester (CAS 5128-55-2), heptanoic acid 6-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 23575-33-9), hexanoic acid 3-methyl-5-oxo- ethyl ester (CAS 38052-21-0), heptanoic acid 2-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 25912-38-3), heptanoic acid 4 methyl-6-oxo methyl ester (CAS 41841-53-6), heptanoic acid 5 methyl-4-oxo methyl ester (CAS 42511-74-0), heptanoic acid-4-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 54225-40-0), hexanoic acid 3,5-dimethyl-4-oxo methyl ester (CAS 64712-02-3), heptanoic acid 6-methyl-4-oxo methyl ester (CAS 76678-33-6), heptanoic acid, 2-methyl-4-oxo- methyl ester (CAS 90647-21-5), hexanoic acid, 4-ethyl-5-oxo methyl ester (CAS 90647-24-8), heptanoic acid 3-methyl-5-oxo, methyl ester (CAS 103252-99-9), hexanoic acid, 2-ethyl-5-oxo-, methyl ester (CAS 103260-39-5), hexanoic acid 3 acetyl methyl ester (CAS 1081559-93-4), heptanoic acid 5 methyl-6-oxo methyl ester (CAS 344295-02-9), heptanoic acid 3-methyl-4-oxo methyl ester (CAS 64712-01-2), methyl 2-(1methylethyl)-4-oxopentaoate (CAS 99183-33-2), methyl 2,3-dimethyl-4-oxohexanoate (CAS 86044-19-1), Ethyl 2 ethyl-4-oxopentanoate (CAS 101514-30-1) , hexanoic acid 5-oxo ethyl ester (CAS 13984-57-1), ethyl 3 methyl-4-oxohexanoate (CAS 42895-72-7), ethyl 2,3-dimethyl-4-oxopentanoate (CAS 136964-44-8), hexanoic acid 4 oxo ethyl ester (CAS 3249-33-0), heptanoic acid 6-oxo-ethyl ester (CAS 30956-41-3), 1-methylethyl-4-oxohexanoate (CAS 939422-07-8), pentanoic 2-ethyl-4-oxo- ethyl ester (CAS 101514-30-1), hexanoic acid-2ethyl-5-methyl-4-oxo- methyl ester (CAS 1195311-69-3).

**[0064]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester seul ou en mélange est choisi dans le groupe des lévulinales comprenant : le lévulinate de méthyle (CAS 624-45-3), le lévulinate d'éthyle (CAS 539-88-8), le lévulinate de propyle (645-67-0), le lévulinate d'isopropyle (CAS 21884-26-4), le lévulinate de butyle (CAS 2052-15-5), le lévulinate d'isobutyle (CAS 3757-32-2), le lévulinate de tert-butyle (CAS 2854-10-6), le lévulinate de s-butyle (CAS 85734-01-6), le lévulinate de penthyl (CAS 20279-49-6) le lévulinate d'hexyle (CAS 24431-34-3), le lévulinate d'octyl (CAS 41780-57-8).

**[0065]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester seul ou en mélange est choisi dans le groupe comprenant : methyl 3-methyl-4-oxopentanoate (CAS 25234-83-7), methyl 2-methyl-4 oxopentanoate (CAS 32811-25-9), pentanoic acid 2,3 dimethyl-4-oxo, methyl ester (CAS 35140-52-4), pentanoic acid 2-ethyl-4-oxo-methyl ester (CAS 62359-06-2), pentanoic acid 3-methyl-4-oxo ethyl ester (CAS 55424-74-3), pentanoic acid-4-oxo-2-propyl-methyl ester (CAS 244196-06-3), methyl 2-(1methylethyl)-4-oxopentaoate (CAS 99183-33-2), Ethyl 2 ethyl-4-oxopentanoate (CAS 101514-30-1), ethyl 2,3-dimethyl-4-oxopentanoate (CAS 136964-44-8), pentanoic 2-ethyl-4-oxo- ethyl ester (CAS 101514-30-1).

**[0066]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester seul ou en mélange est choisi dans le groupe comprenant : methyl 4-oxohexanoate (CAS 2955-62-6), methyl 5-oxohexanoate (CAS 13984-50-4), methyl 3-methyl -5-oxohexanoate (CAS 14983-18-7), 4-Oxo-5-methylhexanoic acid methyl ester (CAS 34553-37-2), hexanoic acid, 4-methyl-5-oxo, methyl ester (CAS 36045-56-4), methyl 3-methyl-4-oxohexanoate (CAS 69448-35-7), hexanoic acid 2-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 38872-30-9), hexanoic acid 2-ethyl-4-oxo methyl ester (CAS 75436-59-8), hexanoic acid, 2, 4-dimethyl-5-oxo methyl ester (CAS 93176-58-0), hexanoic acid 2,5-dimethyl-4-oxo methyl ester (CAS 1249353-11-4), octanoic acid 4 oxo-methyl ester (CAS : 4316-48-7), hexanoic acid 3-methyl-5-oxo- ethyl ester (CAS 38052-21-0), hexanoic acid 3,5-dimethyl-4-oxo methyl ester (CAS 64712-02-3), hexanoic acid, 4-ethyl-5-oxo methyl ester (CAS 90647-24-8), hexanoic acid, 2-ethyl-5-oxo-, methyl ester (CAS 103260-39-5), hexanoic acid 3 acetyl methyl ester (CAS 1081559-93-4), methyl 2,3-dimethyl-4-oxohexanoate (CAS 86044-19-1), hexanoic acid 5-oxo ethyl ester (CAS 13984-57-1), ethyl 3 methyl-4-oxohexanoate (CAS 42895-72-7), hexanoic acid 4 oxo ethyl ester (CAS 3249-33-0), 1-methylethyl-4-oxohexanoate (CAS 939422-07-8), hexanoic acid-2ethyl-5-methyl-4-oxo- methyl ester (CAS 1195311-69-3).

**[0067]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester seul ou en

mélange est choisi dans le groupe comprenant : 2-Methyl-4-oxovaleric acid ethyl ester (CAS 4749-12-6), methyl-6-oxoheptanoate (CAS 2046-21-1), 5-ketoenanthic acid methyl ester (17745-32-3), octanoic acid 4 oxo-methyl ester (CAS : 4316-48-7), heptanoic acid 2-methyl-6-oxo-methyl ester (CAS 2570-90-3), heptanoic acid 3-methyl 6-oxo methyl ester (CAS 5128-55-2), heptanoic acid 6-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 23575-33-9), heptanoic acid 2-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 25912-38-3), heptanoic acid 4 methyl-6-oxo methyl ester (CAS 41841-53-6), heptanoic acid 5 methyl-4-oxo methyl ester (CAS 42511-74-0), heptanoic acid-4-methyl-5-oxo methyl ester (CAS 54225-40-0), heptanoic acid 6-methyl-4-oxo methyl ester (CAS 76678-33-6), heptanoic acid, 2-methyl-4-oxo- methyl ester (CAS 90647-21-5), heptanoic acid 3-methyl-5-oxo, methyl ester (CAS 103252-99-9), heptanoic acid 5 methyl-6-oxo methyl ester (CAS 344295-02-9), heptanoic acid 3-methyl-4-oxo methyl ester (CAS 64712-01-2), heptanoic acid 6-oxo-ethyl ester (CAS 30956-41-3).

**[0068]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester a une masse moléculaire inférieure ou égale à 200g/mol.

**[0069]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester a une masse moléculaire inférieure ou égale à 180 g/mol.

**[0070]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester a une masse moléculaire inférieure ou égale à 160 g/mol.

**[0071]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester a une masse moléculaire inférieure ou égale à 150 g/mol.

**[0072]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester est le lévulinate de méthyle.

**[0073]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester est le lévulinate de butyle.

**[0074]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'oxo-ester est le lévulinate d'éthyle.

**[0075]** Dans la présente demande un « alcane » est un hydrocarbure saturé étant constitué uniquement d'atomes de carbone et d'hydrogènes liés entre eux par des liaisons covalentes simples dont la formule générale est  $C_nH_{2n+2}$ , il est appelé « alcane linéaire » lorsque chaque atome de carbone est lié au maximum à deux atomes de carbone et « alcane ramifié » lorsque certains atomes de carbone sont liés à trois atomes, voire quatre atomes de carbones.

**[0076]** Dans la présente demande un « bioalcane » est un alcane biosourcé.

**[0077]** Dans la présente demande, on qualifie de biosourcé un composé ou une composition organique dont le carbone organique présent dans le composé ou la composition est d'origine végétale par une analyse au radiocarbone selon l'une des normes suivantes ASTM D6866, EN 16640 ou EN 16785-1.

**[0078]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend en outre au moins un alcane

**[0079]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend en outre au moins un alcane volatil

**[0080]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'alcane volatil est choisi dans le groupe comprenant les alcanes linéaires et/ou ramifiés comprenant de 10 à 12 atomes de carbones, seuls ou en mélanges.

**[0081]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'alcane volatil est choisi dans le groupe comprenant les bioalcanes linéaires et/ou ramifiés comprenant de 10 à 12 atomes de carbones, seuls ou en mélanges.

**[0082]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend en outre un décane.

**[0083]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend en outre un dodécane.

**[0084]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend en outre un décane, un dodécane

**[0085]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend en outre un alcane ramifié de 10 atomes de carbones.

**[0086]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'alcane ramifié de 10 atomes de carbone est choisi dans le groupe comprenant : le 2-méthylnonane (CAS 871-83-0), le 4-méthylnonane (CAS 17301-94-9), le 3-méthyl nonane (CAS 5911-04-6), le 3-éthyl octane (CAS 5881-17-4), le 2,2-diméthyl octane (CAS 15869-87-1), le 2,3 diméthyl octane (CAS 7146-60-3), le 2,5- diméthyl octane (CAS 15869-89-3), le 3,5 diméthyl octane (CAS 15869-93-9), le 4-propylheptane (CAS 3178-29-8), le 3-éthyl-2-méthylheptane (CAS 14676-29-0), le 2,2,3-triméthylheptane (CAS 52896-92-1), le 2,3,5 triméthylheptane (CAS 20278-85-7), le 2,3,6-triméthylheptane (CAS 4032-93-3), le 3,3,4-triméthylheptane (CAS 20278-87-9), le 2,3,4 triméthylheptane (CAS 52896-95-4), le 2,2,4 triméthylheptane (CAS : 14720-74-2) le 3,3-diéthylhexane (CAS 17302-02-2), le 2,2,3,3-tétraméthylhexane (CAS 13475-81-5), le 3-éthyl-2,2,3-triméthylpentane (CAS 52897-17-3), et leurs mélanges.

**[0087]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend en outre un alcane ramifié de 12 atomes de carbones.

**[0088]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'alcane ramifié de 12 atomes de carbone est choisi dans le groupe comprenant : 2-méthylundécane (CAS 7045-71-8), 3-méthylundécane (CAS 1002-43-3), 4-méthylundécane (CAS 2980-69-0), 5-méthylundécane (CAS 1632-70-8), 6-méthylundécane (CAS 17302-33-9), 2,4-diméthylundécane (CAS 2801-84-5) 4,4-diméthylundécane (CAS 17312-39-9), 3,5-diméthylundécane (CAS 17312-48-0), 2,5-diméthylundécane (CAS 17312-50-4), 2,3-diméthylundécane (CAS 17312-44-6), 3,3-diméthylundécane (CAS 17302-38-4), 3,7-diméthylundécane (CAS 17312-54-8), 3,4,6-triméthylundécane (CAS 62184-24-1) 3,5,6-triméthylundécane (CAS 62184-26-3), 3,5,7-triméthylundécane (CAS 62184-27-4), 2,5,7-triméthylundécane (CAS 62184-14-9), 2,5,6-triméthylundécane (CAS 62184-13-8), 2,5,7-triméthylundécane (CAS 62184-14-9), 2,5,8-triméthylundécane (CAS 49557-09-7), 3,3,4,5-tétraméthylundécane (CAS 62185-21-1), 2,3,4,5-tétraméthylundécane (CAS 62199-27-3), 2,2,4,5-tétraméthylundécane (CAS 62183-80-6), 2,2,5,7-tétraméthylundécane (CAS 62199-19-3), 2,3,4,7-tétraméthylundécane (CAS 62199-29-5), 2,4,4,7-tétraméthylundécane (CAS 35866-96-7), 3-éthyl-4-méthylundécane (CAS 62184-45-6), 3-éthyl-4,5-diméthylundécane (CAS 62183-72-6), 2,5-diméthyl-6-éthylundécane (CAS 62183-50-0), et leurs mélanges.

**[0089]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend au moins un alcane volatil et un lévulinate d'éthyle.

**[0090]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un décane et un lévulinate d'éthyle.

**[0091]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un dodécane et un lévulinate d'éthyle.

**[0092]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un décane, un dodécane et un lévulinate d'éthyle.

**[0093]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un alcane ramifié de 10 atomes de carbones et un lévulinate d'éthyle.

**[0094]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un alcane ramifié de 12 atomes de carbones et un lévulinate d'éthyle.

**[0095]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend au moins un alcane volatil et un lévulinate de butyle.

**[0096]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un décane et un lévulinate de butyle.

**[0097]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un dodécane et un lévulinate de butyle.

**[0098]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un décane, un dodécane et un lévulinate de butyle.

**[0099]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un alcane ramifié de 10 atomes de carbones et un lévulinate de butyle.

**[0100]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un alcane ramifié de 12 atomes de carbones et un lévulinate de butyle.

**[0101]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant est un mélange de solvant comprend en outre un lactate d'éthyle

**[0102]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un lactate d'éthyle et un lévulinate de butyle.

**[0103]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend un lactate d'éthyle et un lévulinate d'éthyle.

**[0104]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X défini par la relation :

$$X = \frac{\text{(Volume de l'oxo-ester)}}{\text{(Volume des autres composés du système de solvant)}}$$

est d'au moins 1/3.

**[0105]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est d'au moins 1/1.

**[0106]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est d'au moins 2/1.

**[0107]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est compris entre 2/1 et 100/1.

- [0108]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est compris entre 2/1 et 50/1.
- [0109]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est compris entre 2/1 et 20/1.
- 5 **[0110]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est compris entre 2/1 et 10/1.
- [0111]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est 1/1.
- [0112]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est 2/1.
- 10 **[0113]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est 3/1.
- [0114]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est 5/1.
- [0115]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est 10/1.
- [0116]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est 25/1.
- [0117]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le ratio volumique X est 50/1.
- 15 **[0118]** Dans la présente demande, on entend par teneur en solvant le rapport du volume d'un solvant par rapport au volume total d'un mélange de solvant, ramené à un pourcentage.
- [0119]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en oxo-ester d'au moins 25%, par rapport au volume total du système de solvant.
- [0120]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en oxo-ester d'au moins 50%, par rapport au volume total du système de solvant.
- 20 **[0121]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en oxo-ester comprise entre 70 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0122]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en oxo-ester comprise entre 80 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- 25 **[0123]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de méthyle d'au moins 25% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0124]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de méthyle d'au moins 50% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0125]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de méthyle comprise entre 70 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- 30 **[0126]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de méthyle comprise entre 80 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0127]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate d'éthyle d'au moins 25% par rapport au volume total du système de solvant.
- 35 **[0128]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate d'éthyle d'au moins 50% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0129]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate d'éthyle comprise entre 70 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- 40 **[0130]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate d'éthyle comprise entre 80 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0131]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de butyle d'au moins 25% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0132]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de butyle d'au moins 50% par rapport au volume total du système de solvant.
- 45 **[0133]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de butyle comprise entre 70 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0134]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le système de solvant comprend une teneur en lévulinate de butyle comprise entre 80 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.
- 50 **[0135]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcane volatil, d'au moins 1% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0136]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcane volatil, d'au moins 5% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0137]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcane volatil, comprise entre 1 et 50% par rapport au volume total du système de solvant.
- 55 **[0138]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcane volatil, comprise entre 5 et 30% par rapport au volume total du système de solvant.
- [0139]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant

comprend une teneur en décane, d'au moins 1% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0140]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en décane, d'au moins 5% par rapport au volume total du système de solvant.

5 **[0141]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en décane, comprise entre 1 et 50% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0142]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en décane, comprise entre 5 et 30% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0143]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en dodécane, d'au moins 1% par rapport au volume total du système de solvant.

10 **[0144]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en dodécane, d'au moins 5% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0145]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en dodécane, comprise entre 1 et 50% par rapport au volume total du système de solvant.

15 **[0146]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en dodécane, comprise entre 5 et 30% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0147]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 10 atomes de carbones, d'au moins 1% par rapport au volume total du système de solvant.

20 **[0148]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 10 atomes de carbones, d'au moins 5% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0149]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 10 atomes de carbones, comprise entre 1 et 50% par rapport au volume total du système de solvant.

25 **[0150]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 10 atomes de carbones, comprise entre 5 et 30% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0151]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 12 atomes de carbones, d'au moins 1% par rapport au volume total du système de solvant.

30 **[0152]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 12 atomes de carbones, d'au moins 5% par rapport au volume total du système de solvant.

35 **[0153]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 12 atomes de carbones, comprise entre 1 et 50% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0154]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en alcanes ramifiés de 12 atomes de carbones, comprise entre 5 et 30% par rapport au volume total du système de solvant.

40 **[0155]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en lactate d'éthyle d'au moins 1% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0156]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en lactate d'éthyle d'au moins 5% par rapport au volume total du système de solvant.

45 **[0157]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en lactate d'éthyle comprise entre 1 et 50% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0158]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange de solvant comprend une teneur en lactate d'éthyle comprise entre 30 et 50% par rapport au volume total du système de solvant.

**[0159]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange et l'homogénéisation du beurre de karité est réalisé à une température d'au moins 20°C.

50 **[0160]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange et l'homogénéisation du beurre de karité est réalisé à une température comprise entre 20 et 80°C.

**[0161]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange et l'homogénéisation du beurre de karité est réalisé à une température comprise entre 35 et 55°C.

55 **[0162]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le mélange et l'homogénéisation du beurre de karité est réalisé à une température de 40°C

**[0163]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le refroidissement du mélange réactionnel est réalisé à une température inférieure à 20°C.

**[0164]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le refroidissement du

## EP 4 056 670 B1

mélange réactionnel est réalisé à une température comprise entre -10 et 20°C.

**[0165]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le refroidissement du mélange réactionnel est réalisé à une température comprise entre 5 et 10°C.

5 **[0166]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le refroidissement du mélange réactionnel est réalisé à une température égale à 4°C.

**[0167]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le refroidissement du mélange réactionnel est réalisé pendant une durée d'au moins 12h.

**[0168]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que le refroidissement du mélange réactionnel est réalisé pendant une durée préférentielle de 24h.

10 **[0169]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la filtration du mélange réactionnel est réalisé à l'aide d'un filtre choisi parmi le groupe : d'un filtre mono-plaque, d'un filtre presse, d'un filtre rotatif ou d'un filtre à bougie.

**[0170]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'élimination du système de solvant comprend au moins une étape de concentration par évaporation du mélange réactionnel.

15 **[0171]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'élimination du système de solvant comprend en outre au moins une étape de lavage à l'eau.

**[0172]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la concentration par évaporation du mélange réactionnel permet d'éliminer au moins 98% du système de solvant par rapport au volume total du système de solvant.

20 **[0173]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la concentration par évaporation du mélange réactionnel permet d'éliminer au moins 99,5% du système de solvant par rapport au volume total du système de solvant.

**[0174]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée à une température d'au moins 20°C.

25 **[0175]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée à une température d'au moins 40°C.

**[0176]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée à une température comprise entre 40 et 80°C.

30 **[0177]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée à une température de 40°C.

**[0178]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée à une température de 60°C.

35 **[0179]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée avec un pourcentage massique d'eau inférieur ou égal à 10% par rapport à la masse totale de produit fractionné.

**[0180]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée avec un pourcentage massique d'eau inférieur ou égal à 5% par rapport à la masse totale de produit fractionné.

40 **[0181]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée avec un pourcentage massique d'eau égal à 10% par rapport à la masse totale de produit fractionné.

**[0182]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'au moins une étape de lavage à l'eau est réalisée avec un pourcentage massique d'eau égal à 5% par rapport à la masse totale de produit fractionné.

45 **[0183]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'élimination du système de solvant permet d'éliminer au moins 99,5% du système de solvant par rapport au volume total du système de solvant.

**[0184]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'élimination du système de solvant permet d'éliminer au moins 99,9% du système de solvant par rapport au volume total du système de solvant.

50 **[0185]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine de karité est une fraction liquide qui comprend les acides gras suivants : l'acide palmitique, l'acide stéarique, l'acide oléique, l'acide linoléique et l'acide arachidique.

**[0186]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine de karité est une fraction liquide limpide.

55 **[0187]** Au sens de la présente invention, la limpidité d'un fluide peut être évaluée par la mesure de sa turbidité. Pour information, la turbidité est définie comme étant la réduction de la transparence d'un liquide due à la présence de matières non dissoutes (NF EN ISO 7027). En d'autres termes, elle correspond à la propriété de l'échantillon de diffuser et d'absorber la lumière incidente.

**[0188]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend

## EP 4 056 670 B1

un pourcentage massique en acide palmitique d'au plus 10% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0189]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine de karité comprend un pourcentage massique en acide palmitique d'au plus 5% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0190]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide palmitique d'au plus 4% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0191]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine de karité comprend un pourcentage massique en acide oléique d'au moins 45% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0192]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide oléique d'au moins 50% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0193]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide oléique compris entre 50 et 75% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0194]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide stéarique d'au plus 35% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0195]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide stéarique d'au plus 29% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0196]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide stéarique d'au plus 25% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0197]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide linoléique d'au moins 5% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0198]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide linoléique compris entre 5 et 20% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0199]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide linoléique compris entre 5 et 15% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0200]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide arachidique d'au plus 5% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0201]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide arachidique d'au plus 3% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0202]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine comprend un pourcentage massique en acide arachidique d'au plus 2% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0203]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction d'oléine de karité, de manière préférentielle, comprend un pourcentage massique d'au plus 5% d'acide palmitique, compris entre 5 et 15% d'acide linoléique, d'au plus 3% d'acide arachidique, d'au plus 29% en acide stéarique et d'au moins 50% en acide oléique, par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction d'oléine de karité.

**[0204]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine de karité est une fraction solide qui comprend les acides gras suivants : l'acide palmitique, l'acide stéarique, l'acide oléique, l'acide linoléique et l'acide arachidique.

**[0205]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide palmitique d'au plus 10% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0206]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide palmitique d'au plus 5% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0207]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine

comprend un pourcentage massique en acide palmitique d'au plus 4% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0208]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide oléique compris entre 20 et 40% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0209]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide oléique compris entre 30 et 50% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0210]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide oléique comprise entre 30 et 40% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0211]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide stéarique compris entre 40 et 60% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0212]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide stéarique compris entre 50 et 70% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0213]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide stéarique comprise entre 50 et 60% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0214]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide linoléique d'au plus 10% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0215]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide linoléique comprise entre 5 et 10% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0216]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide linoléique d'au plus 5% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0217]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide arachidique d'au plus 5% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0218]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide arachidique d'au plus 3% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0219]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine comprend un pourcentage massique en acide arachidique d'au plus 2% par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0220]** Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que la fraction de stéarine de karité, de manière préférentielle, comprend un pourcentage massique d'au plus 5% en acide palmitique, d'au plus 5% en acide linoléique, d'au plus 3% en acide arachidique, compris entre 30 et 40% en acide oléique et compris entre 50 et 60% en acide stéarique, par rapport à la masse totale d'acide gras de la fraction de stéarine de karité.

**[0221]** Les applications des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues en appliquant le procédé selon l'invention sont des applications visant à incorporer des compositions cosmétiques et/ou alimentaires

**[0222]** Parmi les applications visées on s'intéresse aux applications dans le domaine de la cosmétique, on citera par exemple les applications au visage, corps, cheveux.

**[0223]** Parmi les applications alimentaires, on citera par exemple l'utilisation dans l'industrie du chocolat et des confiseries, l'utilisation dans la pâtisserie

**[0224]** Les applications visées sont plus particulièrement les applications communément répandues dans le cadre des oléines et stéarines de karité utilisables dans les produits ou compositions suivantes :

**[0225]** Formulation pour les cheveux (crèmes, soins, produits de coiffages, produit de défrisage)

**[0226]** Formulation pour le visage (formulation maquillante, soin du visage, formulation hydratante, protection contre les UV, formulation anti-âge, formulation anti-ride).

**[0227]** Formulation pour le corps (formulation protégeant contre les UV, formulation anti-âge, formulation anti-ride, formulation hydratante, formulation dépigmentante, formulation pro-pigmentante).

**[0228]** Utilisation en tant que substitut du beurre de cacao.

**[0229]** Utilisation dans les pâtes feuilletées pour rendre la pâte malléable.

**[0230]** Utilisation dans les pâtes à tartiner ou dans la margarine.

## EP 4 056 670 B1

**[0231]** Ces exemples d'utilisation ne sont nullement limitatifs car les fractions d'oléines et de stéarine de karité ont de nombreuses applications notamment dans le domaine pharmaceutique.

**[0232]** Par exemple des compositions anti-inflammatoires (soins des douleurs articulaires, rhumatismes). Par ailleurs, d'autres exemples d'utilisation dans des compositions visant à résoudre des problèmes cutanées (dermatites, contusions, soins des plaies).

EXEMPLES :

**[0233]** Les exemples qui illustrent ci-dessous le procédé de la présente invention ne sont nullement limitatifs.

**[0234]** Le beurre raffiné utilisé dans la suite de ces exemples présente la composition en acide gras indiquée dans le tableau ci-dessous :

Tableau 1 : composition en acide gras du beurre de karité raffiné

Beurre de karité raffiné	
Pourcentage massique (en %)	
Acide palmitique	3,5
Acide stéarique	44,1
Acide oléique	45,1
Acide linoléique	5,8
Acide arachidique	1,5

**[0235]** Le tableau ci-dessous présente une gamme de valeur cible des compositions des fractions d'oléine et de stéarine de karité.

Tableau 2 : composition cible en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité

	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Acide palmitique (%)	[0-5]	[0-5]
Acide stéarique (%)	Max 29	[50-60]
Acide oléique (%)	Min 45	[30-40]
Acide linoléique (%)	[5-15]	[0-5]
Acide arachidique (%)	[0-3]	[0-3]

Exemple 1 : Exemple comparatif, fractionnement d'un beurre de karité raffiné par le dodécane biosourcé :

**[0236]** On mélange 60g de beurre de karité raffiné à 40g de dodécane BIOSYNTHIS à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

**[0237]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant 24h.

**[0238]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11µm. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

**[0239]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0240]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

**[0241]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues par un fractionnement au dodécane.

Tableau 3 : Composition des produits obtenus selon un procédé de fractionnement réalisé avec du dodécane :

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide trouble	Solide

## EP 4 056 670 B1

(suite)

Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
5	Acide palmitique	3,6
	Acide stéarique	37,7
	Acide oléique	49,9
10	Acide linoléique	7,4
	Acide arachidique	1,4

15 **[0242]** Le procédé de fractionnement réalisé avec du dodécane BIOSYNTHIS seul ne permet pas d'obtenir la composition cible définie au tableau 2 et l'oléine obtenue n'est pas limpide.

Exemple 2 : Fractionnement d'un beurre de karité raffiné par le lévulinate d'éthyle.

20 **[0243]** On mélange 20g de beurre de karité raffiné à 80g de lévulinate d'éthyle à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

**[0244]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant une nuit.

**[0245]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11µm. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

25 **[0246]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0247]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

**[0248]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues selon le procédé de la présente invention.

30 Tableau 4 : Composition des produits obtenus selon le procédé de la présente invention 100% lévulinate d'éthyle)

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide limpide	Solide
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
35	Acide palmitique	3,6
	Acide stéarique	28,2
40	Acide oléique	57,9
	Acide linoléique	9,2
	Acide arachidique	1,1

45 **[0249]** Le procédé de fractionnement réalisé avec 100% de lévulinate d'éthyle permet d'obtenir une oléine limpide et une stéarine de karité avec une composition en acides gras satisfaisante.

50 Exemple 3 : Fractionnement d'un beurre de karité raffiné par le lévulinate d'éthyle : On mélange 40g de beurre de karité raffiné à 60g de lévulinate d'éthyle) à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

**[0250]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant une nuit.

**[0251]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11µm. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

55 **[0252]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0253]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

## EP 4 056 670 B1

**[0254]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues selon le procédé de la présente invention.

Tableau 5 : Composition des produits obtenus selon le procédé de la présente invention 100% lévulinate d'éthyle)

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide limpide	Solide
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Acide palmitique	3,7	3,1
Acide stéarique	27,9	45,7
Acide oléique	57,5	44,3
Acide linoléique	9,8	5,3
Acide arachidique	1,1	1,6

**[0255]** Le procédé de fractionnement réalisé avec 100% de lévulinate d'éthyle permet d'obtenir une oléine limpide et une stéarine de karité avec des compositions en acides gras satisfaisantes.

Exemple 4 : Fractionnement d'un beurre de karité raffiné par un mélange lévulinate d'éthyle - décane :

**[0256]** On mélange 20g de beurre de karité raffiné à 56g de lévulinate d'éthyle et 24g de décane BIOSYNTHIS à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

**[0257]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant une nuit.

**[0258]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11um. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

**[0259]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0260]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

**[0261]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues selon le procédé de la présente invention.

Tableau 6 : Composition des produits obtenus selon le procédé de la présente invention 70% lévulinate d'éthyle, 30% décane)

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide limpide	Solide
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Acide palmitique	3,4	2,6
Acide stéarique	39,9	56,9
Acide oléique	48,3	35,8
Acide linoléique	6,5	3,3
Acide arachidique	1,9	1,4

**[0262]** Le procédé de fractionnement réalisé avec 70% de lévulinate d'éthyle et 30% de décane permet d'obtenir une oléine limpide et une stéarine de karité avec des compositions en acides gras satisfaisantes.

Exemple 5 : Fractionnement d'un beurre de karité raffiné par un mélange lévulinate d'éthyle - décane :

**[0263]** On mélange 20g de beurre de karité raffiné à 70g de lévulinate d'éthyle et 10g de décane BIOSYNTHIS à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

## EP 4 056 670 B1

**[0264]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant une nuit.

**[0265]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11um. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

5 **[0266]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0267]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

**[0268]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues selon le procédé de la présente invention.

10 Tableau 7 : Composition des produits obtenus selon le procédé de la présente invention 875% lévulinate d'éthyle, 12,5% décane)

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide limpide	Solide
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Acide palmitique	3,5	3,1
15 Acide stéarique	29,4	46,1
20 Acide oléique	56,8	43,8
Acide linoléique	9,1	5,4
25 Acide arachidique	1,2	1,6

**[0269]** Le procédé de fractionnement réalisé avec 87,5% de lévulinate d'éthyle et 12,5% de décane permet d'obtenir une oléine limpide et une stéarine de karité avec des compositions en acides gras satisfaisantes.

30 Exemple 6 : Fractionnement d'un beurre de karité raffiné par un mélange lévulinate d'éthyle - décane :

**[0270]** On mélange 20g de beurre de karité raffiné à 75g de lévulinate d'éthyle et 5g de décane BIOSYNTHIS à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

**[0271]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant une nuit.

35 **[0272]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11um. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

**[0273]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0274]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

40 **[0275]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues selon le procédé de la présente invention.

45 Tableau 8 : Composition des produits obtenus selon le procédé de la présente invention 94% lévulinate d'éthyle, 6% décane)

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide limpide	Solide
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Acide palmitique	3,5	3,2
50 Acide stéarique	25,4	44,6
Acide oléique	60,1	45,0
55 Acide linoléique	10,0	5,6
Acide arachidique	1,0	1,6

## EP 4 056 670 B1

**[0276]** Le procédé de fractionnement réalisé avec 94% de lévulinate d'éthyle et 6% de décane permet d'obtenir une oléine limpide et une stéarine de karité avec des compositions en acides gras satisfaisantes.

Exemple 7 : Fractionnement d'un beurre de karité raffiné par un mélange lévulinate d'éthyle - dodécane :

**[0277]** On mélange 20g de beurre de karité raffiné à 75g de lévulinate d'éthyle et 5g de dodécane BIOSYNTHIS à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

**[0278]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant une nuit.

**[0279]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11um. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

**[0280]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0281]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

**[0282]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues selon le procédé de la présente invention.

Tableau 9 : Composition des produits obtenus selon le procédé de la présente invention 94% lévulinate d'éthyle, 6% dodécane.

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide limpide	Solide
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Acide palmitique	4,3	3,4
Acide stéarique	22,1	44,1
Acide oléique	61,3	45,4
Acide linoléique	12	5,6
Acide arachidique	0,3	1,5

**[0283]** Le procédé de fractionnement réalisé avec 94% de lévulinate d'éthyle et 6% de dodécane permet d'obtenir une oléine limpide et une stéarine de karité avec des compositions en acide gras satisfaisantes.

Exemple 8 : Fractionnement d'un beurre de karité raffiné par un mélange de lévulinate d'éthyle et de lactate d'éthyle.

**[0284]** On mélange 20g de beurre de karité raffiné à 40g de lévulinate d'éthyle et 40g de lactate d'éthyle à une température de 40°C. On agite 5 minutes de façon à obtenir une fraction liquide et homogène.

**[0285]** On rafraîchit le mélange réactionnel à une température de 4°C pendant une nuit.

**[0286]** On filtre le mélange réactionnel sur papier 11um. On évapore le solvant de la fraction d'oléine de karité et de la fraction de stéarine de karité.

**[0287]** La fraction d'oléine (phase liquide) est concentrée après évaporation sous vide de 30mbar et une température de 150°C.

**[0288]** La fraction de stéarine (phase solide) est concentrée dans les mêmes conditions.

**[0289]** Le tableau ci-dessous présente les compositions en acide gras des fractions d'oléine et de stéarine de karité obtenues selon le procédé de la présente invention.

Tableau 10 : Composition des produits obtenus selon le procédé de la présente invention 50% lévulinate d'éthyle et 50% lactate d'éthyle)

Produit obtenu selon le procédé de l'invention :	Fraction d'oléine de karité	Fraction de stéarine de karité
Etat physique/ Aspect	Liquide trouble	Solide
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)		
	Fraction d'oléine de karité*	Fraction de stéarine de karité
Acide palmitique	3,9	3,4

(suite)

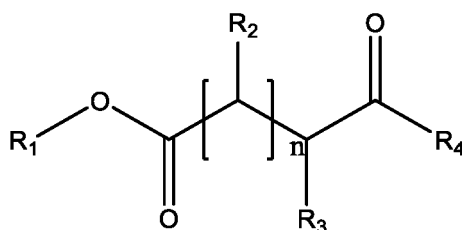
Pourcentage massique en acide gras des fractions obtenues selon le procédé de l'invention (%)			
	Fraction d'oléine de karité*	Fraction de stéarine de karité	
5	Acide stéarique	28	48,8
	Acide oléique	57,2	41,2
	Acide linoléique	9,9	5,1
10	Acide arachidique	1	1,5

**[0290]** Le procédé de fractionnement réalisé avec 50% de lévulinate d'éthyle et 50% de lactate d'éthyle permet d'obtenir une oléine de karité avec une composition d'acide gras satisfaisante mais sous forme de liquide trouble.

## Revendications

1. Procédé de fractionnement d'un extrait de karité comprenant au moins les étapes suivantes :

a) mélange et homogénéisation du beurre de karité à l'aide d'un système de solvant comprenant au moins un oxo-ester de formule I,



Formule I

dans laquelle,

- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 8 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> identiques ou différents sont choisis dans le groupe constitué par l'atome d'hydrogène ou les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone; et
- et n est un entier naturel compris entre 1 et 4.

b) obtention d'un mélange homogène,

c) refroidissement du mélange

d) filtration et élimination du système de solvant afin de récupérer les fractions d'oléine et de stéarine.

2. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** dans le mélange homogène obtenu à l'étape b) est défini par le ratio Y tel que :

$$Y = \frac{\text{(Pourcentage massique d'un extrait de karité)}}{\text{(Pourcentage massique du système de solvant)}}$$

est d'au plus 1/1.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant a un point éclair inférieur ou égal à 100°C mesuré selon la norme ATSM D93.

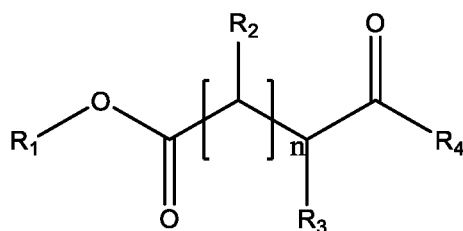
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant a

une température d'ébullition inférieure ou égale à 210°C.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant comprend au moins un oxo-ester de formule II :

5

10



Formule II

15

dans laquelle,

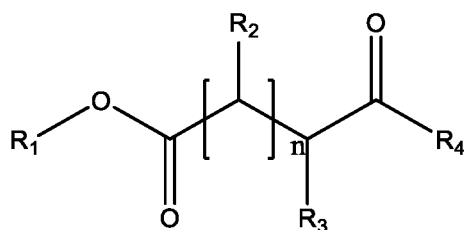
- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> identiques ou différents sont choisis dans le groupe constitué par l'atome d'hydrogène ou les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone; et
- et n est un entier naturel compris entre 1 et 4.

20

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant comprend au moins un oxo-ester de formule III :

25

30



Formule III

35

- R<sub>1</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyles linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 4 atomes de carbone ;
- R<sub>2</sub> et R<sub>3</sub> identiques ou différents sont choisis dans le groupe constitué par l'atome d'hydrogène, le groupement méthyl ou le groupement éthyl
- R<sub>4</sub> est choisi dans le groupe constitué par les alkyls linéaires ou ramifiés comprenant de 1 à 3 atomes de carbone ;
- et n est un entier naturel compris entre 1 et 3.

40

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant comprend au moins un alcane volatil et un lévulinate d'éthyle.

45

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant comprend un alcane ramifié de 10 atomes de carbones et un lévulinate d'éthyle.

50

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant est un mélange de solvant comprend en outre un lactate d'éthyle

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le système de solvant comprend une teneur en oxo-ester comprise entre 70 et 100% par rapport au volume total du système de solvant.

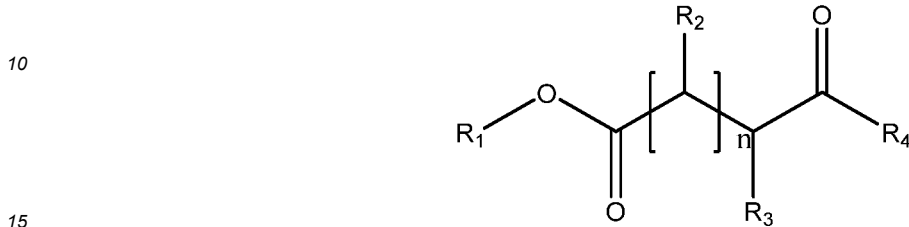
55

11. Procédé selon l'une quelconques des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'élimination du système de solvant permet d'éliminer au moins 99,9% du système de solvant par rapport au volume total du système de solvant.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Fraktionieren eines Karité-Extraktes umfassend wenigstens die folgenden Schritte:

5 a) Mischen und Homogenisieren von Karité-Butter mittels eines Lösungsmittelsystems umfassend mindestens einen Oxo-Ester gemäß Formel I



Formel I

worin

- 20
- R<sub>1</sub> ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus linearen oder verzweigten Alkylen umfassend 1 bis 8 Kohlenstoffatome;
  - R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> identisch oder verschieden und ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus einem Wasserstoffatom und linearen oder verzweigten Alkylen umfassend 1 bis 4 Kohlenstoffatome; und
  - n eine ganze natürliche Zahl zwischen 1 und 4 ist ;

- 25
- b) Erhalten einer homogenen Mischung,
  - c) Kühlen der Mischung
  - d) Filtrieren und Entfernen des Lösungsmittelsystems, um die Olein- und Stearinfractionen zu gewinnen.

30 2. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** in der in Schritt b) erhaltenen homogenen Mischung, definiert durch das Verhältnis Y,

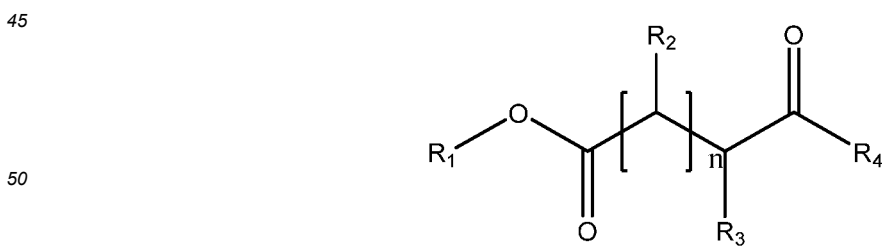
$$Y = (\text{Gewichtsprozent eines Karité-Extraktes}) / (\text{Gewichtsprozent des Lösungsmittelsystems})$$

35 nicht mehr als 1/1 ist.

3. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem einen Flammpunkt von 100°C oder weniger aufweist, wie gemäß dem Standard ATSM D93 gemessen.

40 4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem eine Siedetemperatur von 210 °C oder weniger aufweist.

5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem wenigstens einen Oxo-Ester gemäß Formel II aufweist



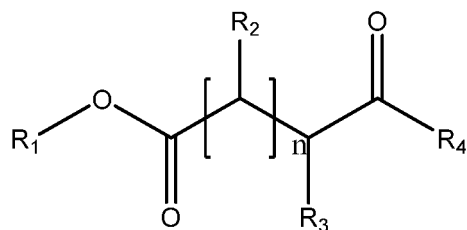
Formel II

worin

- 55
- R<sub>1</sub> ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus linearen oder verzweigten Alkylen umfassend 1 bis 4 Kohlenstoffatome;
  - R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> identisch oder verschieden und ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus einem Was-

serstoffatom und linearen oder verzweigten Alklyen umfassend 1 bis 4 Kohlenstoffatome; und  
 - n eine ganze natürliche Zahl zwischen 1 und 4 ist.

6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem wenigstens einen Oxo-Ester gemäß Formel III aufweist



Formel III

worin

- R<sub>1</sub> ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus linearen oder verzweigten Alklyen umfassend 1 bis 4 Kohlenstoffatome;
- R<sub>2</sub> und R<sub>3</sub> identisch oder verschieden und ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus einem Wasserstoffatom, einer Methylgruppe und einer Ethylgruppe;
- R<sub>4</sub> ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus linearen oder verzweigten Alklyen umfassend 1 bis 3 Kohlenstoffatome; und
- n eine ganze natürliche Zahl zwischen 1 und 3 ist.

7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem wenigstens ein flüchtiges Alkan und ein Ethyllevulinat umfasst.

8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem ein verzweigtes Alkan mit 10 Kohlenstoffatomen und ein Ethyllevulinat umfasst.

9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem eine Lösungsmittelmischung ist, die zusätzlich ein Ethyllactat umfasst.

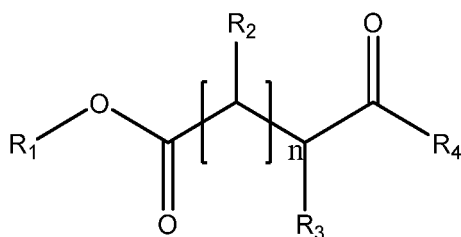
10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Lösungsmittelsystem einen Gehalt an Oxo-Ester von 70 bis 100 % bezogen auf das Gesamtvolumen des Lösungsmittelsystems umfasst.

11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Entfernen des Lösungsmittelsystems das Entfernen von mindestens 99,9% des Lösungsmittelsystems bezogen auf das Gesamtvolumen des Lösungsmittelsystems erlaubt.

### Claims

1. A method of fractionating a shea extract, comprising at least the following steps:

a) mixing and homogenization of shea butter using a solvent system comprising at least one oxoester of formula I,



Formula I

in which

## EP 4 056 670 B1

- R<sub>1</sub> is selected from the group consisting of linear or branched alkyls comprising from 1 to 8 carbon atoms;
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> and R<sub>4</sub>, which are identical or different are selected from the group consisting of the hydrogen atom or linear or branched alkyls comprising from 1 to 4 carbon atoms; and
- and n is a natural number between 1 and 4.

5

- b) obtaining a homogeneous mixture,
- c) cooling of the mixture,
- d) filtration and removal of the solvent system in order to recover the olein and stearin fractions.

- 10 **2.** The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** in the homogeneous mixture obtained in step b) is defined by the ratio Y such that:

$$Y = \frac{\text{percent by weight of shea extract}}{\text{percent by weight of the solvent system}}$$

15

is no more than 1/1.

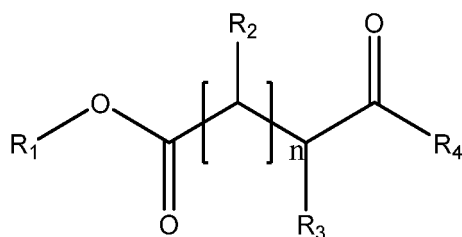
20

- 3.** The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system has a flash point of less than or equal to 100 °C as measured according to the ATSM D93 standard.

- 4.** The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system has a boiling temperature of less than or equal to 210 °C.

25

- 5.** The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system comprises at least one oxoester of formula II:



Formula II

35

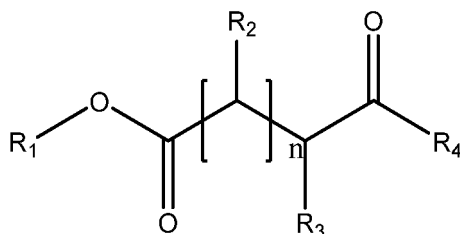
in which

- R<sub>1</sub> is selected from the group consisting of linear or branched alkyls comprising from 1 to 4 carbon atoms;
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, and R<sub>4</sub>, which are identical or different, are selected from the group consisting of the hydrogen atom or linear or branched alkyls comprising from 1 to 4 carbon atoms; and
- and n is a natural number between 1 and 4.

40

- 6.** The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system comprises at least one oxoester of formula III:

45



Formula III

55

- R<sub>1</sub> is selected from the group consisting of linear or branched alkyls comprising from 1 to 4 carbon atoms;
- R<sub>2</sub> and R<sub>3</sub>, which are identical or different, are selected from the group consisting of the hydrogen atom, the methyl group, or the ethyl group;
- R<sub>4</sub> is selected from the group consisting of linear or branched alkyls comprising from 1 to 3 carbon atoms;

## EP 4 056 670 B1

- and n is a natural number between 1 and 3.

7. The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system comprises at least one volatile alkane and one ethyl levulinate.

5

8. The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system further comprises a branched alkane having 10 carbon atoms and one ethyl levulinate.

10

9. The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system is a solvent mixture which further comprises an ethyl lactate.

10. The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the solvent system has an oxoester content of between 70 and 100% relative to the total volume of the solvent system.

15

11. The method as set forth in any one of the preceding claims, **characterized in that** the elimination of the solvent system makes it possible to eliminate at least 99.9% of the solvent system relative to the total volume of the solvent system.

20

25

30

35

40

45

50

55

## 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

- JP 2011132207 A [0020]
- JP 2016054675 A [0021]
- WO 2018226149 A [0022]
- EP 0460722 A1 [0022]
- US 2015264956 A1 [0023]
- WO 2011122278 A [0023]
- EP 18757927 A [0026]

## Littérature non-brevet citée dans la description

- ALAIN. KARLESKIND. TEC & DOCS, 1993 [0002]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 624-45-3 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 539-88-8 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 645-67-0 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 21884-26-4 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 2052-15-5 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 3757-32-2 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 2854-10-6 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 85734-01-6 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 20279-49-6 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 24431-34-3 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 41780-57-8 [0063] [0064]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 4749-12-6 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 2046-21-1 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 2955-62-6 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 13984-50-4 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 14983-18-7 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17745-32-3 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 25234-83-7 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 32811-25-9 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 34553-37-2 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 36045-56-4 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62359-06-2 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 38872-30-9 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 55424-74-3 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 75436-59-8 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 93176-58-0 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 244196-06-3 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 1249353-11-4 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 4316-48-7 [0063] [0066] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 2570-90-3 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 5128-55-2 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 23575-33-9 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 38052-21-0 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 25912-38-3 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 41841-53-6 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 42511-74-0 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 54225-40-0 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 64712-02-3 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 76678-33-6 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 90647-21-5 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 90647-24-8 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 103252-99-9 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 103260-39-5 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 1081559-93-4 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 344295-02-9 [0063] [0067]

## EP 4 056 670 B1

- CHEMICAL ABSTRACTS, 64712-01-2 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 99183-33-2 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 86044-19-1 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 101514-30-1 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 13984-57-1 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 42895-72-7 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 136964-44-8 [0063] [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 3249-33-0 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 30956-41-3 [0063] [0067]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 939422-07-8 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 1195311-69-3 [0063] [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 35140-52-4 [0065]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 69448-35-7 [0066]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 871-83-0 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17301-94-9 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 5911-04-6 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 5881-17-4 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 15869-87-1 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 7146-60-3 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 15869-89-3 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 15869-93-9 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 3178-29-8 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 14676-29-0 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 52896-92-1 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 20278-85-7 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 4032-93-3 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 20278-87-9 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 52896-95-4 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 14720-74-2 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17302-02-2 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 13475-81-5 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 52897-17-3 [0086]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 7045-71-8 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 1002-43-3 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 2980-69-0 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 1632-70-8 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17302-33-9 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 2801-84-5 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17312-39-9 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17312-48-0 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17312-50-4 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17312-44-6 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17302-38-4 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 17312-54-8 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62184-24-1 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62184-26-3 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62184-27-4 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62184-14-9 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62184-13-8 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 49557-09-7 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62185-21-1 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62199-27-3 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62183-80-6 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62199-19-3 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62199-29-5 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 35866-96-7 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62184-45-6 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62183-72-6 [0088]
- CHEMICAL ABSTRACTS, 62183-50-0 [0088]