



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 34715 B1** (51) Cl. internationale : **A23D 9/00; C11B 1/10; C11B 3/00**
- (43) Date de publication : **03.12.2013**

- 
- (21) N° Dépôt : **35967**
- (22) Date de Dépôt : **05.06.2013**
- (30) Données de Priorité : **27.12.2010 CL 1587-2010**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/CL2011/000082 25.12.2011**
- (71) Demandeur(s) : **GOLDEN OMEGA, EL QUISCO 3140 LAS CONDES SANTIAGO (CL)**
- (72) Inventeur(s) : **SEPULVEDA REYES , Juvenal Antonio ; BERRIOS CORNEJO, Miriam Rosa ; FUENZALIDA DÍAZ, Miguel Ángel ; MARKOVITS ROJAS, Alejandro ; HARTING GLADE, Thomas Francis**
- (74) Mandataire : **SABA & CO**

---

(54) Titre : **CONCENTRE D'OMEGA 3**

- (57) Abrégé : L'invention concerne un procédé efficace et simple pour obtenir un concentré qui contient approximativement 80 % en poids d'éthylesters d'acides gras  $\omega$ -3 à partir d'une composition de substances contenant des esters d'acides gras  $\omega$ -3 ou d'acides gras  $\omega$ -3 libres, comprenant les étapes consistant à: g) mettre en contact la composition de substances avec de l'éthanol à au moins 96 % en poids et un hydroxyde d'un métal alcalin à une température comprise entre 60 et 200 °C pour former un mélange liquide comprenant des sels alcalins d'acides gras; h) refroidir le mélange liquide à une température comprise entre 50 et -20 °C afin de former une phase solide et une phase liquide et séparer la phase liquide de la phase solide; i) mettre en contact la phase liquide séparée obtenue à l'étape h) avec un acide afin de former un mélange acidifié présentant une teneur en eau inférieure à 10%, le mélange étant constitué d'une phase solide qui comprend le sel alcalin métallique de l'acide, et une phase liquide qui comprend les acides gras omega-3; j) chauffer le mélange obtenu à l'étape i) à une température comprise entre 50 et 150 °C en présence d'un catalyseur d'estérification afin de former un mélange contenant des esters

éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3; k) mettre en contact le mélange obtenu à l'étape j) avec un alcali pour former un mélange neutralisé; l) distiller le mélange neutralisé afin d'obtenir un distillat contenant plus de 80 % en poids d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3.

**ABREGE**

5 L'invention concerne un procédé efficace et simple pour obtenir un concentré qui contient approximativement 80 % en poids d'éthylesters d'acides gras  $\omega$ -3 à partir d'une composition de substances contenant des esters d'acides gras  $\omega$ -3 ou d'acides gras  $\omega$ -3 libres, comprenant les phases consistant à:

10 a) mettre en contact la composition de substances avec de l'éthanol à au moins 96 % en poids et un hydroxyde d'un métal alcalin à une température comprise entre 60 et 200 °C pour former un mélange liquide comprenant des sels alcalins d'acides gras;

b) refroidir le mélange liquide à une température comprise entre 50 et -20 °C afin de former une phase solide et une phase liquide et séparer la phase liquide de la phase solide;

15 c) mettre en contact la phase liquide séparée obtenue à la phase b) avec un acide afin de former un mélange acidifié présentant une teneur en eau inférieure à 10%, le mélange étant constitué d'une phase solide qui comprend le sel alcalin métallique de l'acide, et une phase liquide qui comprend les acides gras  $\omega$ -3;

d) chauffer le mélange obtenu à la phase c) à une température comprise entre 50 et 150 °C en présence d'un catalyseur d'estérification afin de former un mélange contenant des esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3;

20 e) mettre en contact le mélange obtenu à la phase d) avec un alcali pour former un mélange neutralisé;

f) distiller le mélange neutralisé afin d'obtenir un distillat contenant plus de 80 % en poids d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3.

25

(DIX HUIT PAGES)

GOLDEN OMEGA S.A.  
P. P. SABA & CO., Casablanca

**CONCENTRÉ D'OMÉGA 3****CHAMP D'APPLICATION**

5 La présente invention concerne un procédé simple et efficace pour obtenir des concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 contenant plus de 80% d'acides gras  $\omega$ -3 à partir des compositions de substances qui contiennent des acides gras  $\omega$ -3 sous la forme d'esters ou d'acides gras libres.

**CONTEXTE**

10 L'utilité des acides gras polyinsaturés à longue chaîne de type  $\omega$ -3, tels que les acides octadécatriénoïques (ALA, acide  $\alpha$ -linoléinique), eicosapentaénoïque (EPA) et l'acide docosahexaénoïque (DHA), dans la prévention de l'artériosclérose et des maladies cardiovasculaires, le soulagement de maladies inflammatoires et le retard de la croissance tumorale est actuellement bien connue et documentée. Les isomères naturels de ces acides gras  $\omega$ -3 ont tous les configurations

15 doubles liaisons sont séparées l'une de l'autre par une unité méthylène. Lorsque les doubles liaisons sont séparées l'une de l'autre par deux ou plusieurs liaisons simples, elles sont nommées des liaisons doubles isolées. Les experts recommandent un apport quotidien d'acides gras  $\omega$ -3 à des doses qui varient entre 0,5 et 10 g. Il y a donc un intérêt croissant pour l'obtention de concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 pour leur incorporation dans des produits alimentaires, nutraceutiques et pharmaceutiques.

20 L'une des sources qui est la plus riche en acides gras  $\omega$ -3, principalement EPA et DHA, est l'huile d'origine marine comme les huiles de poissons de différentes espèces comme la sardine, le chinchard, l'anchois, le saumon, la morue et le krill, les micro-algues marines comme *Phaeodactylum tricornutum*, *Nannochloropsis* sp., et les huiles végétales telles que les graines de lin, de chanvre et d'autres riches en ALA. La teneur combinée en EPA et DHA dans les huiles d'origine marine est

25 typiquement comprise entre 10 et 35% en poids. Les huiles de poisson raffinées sont actuellement utilisées dans l'industrie alimentaire et nutraceutique comme une source d'acides gras  $\omega$ -3 raffinés. De manière générale, les procédés de raffinage des huiles de poisson sont des adaptations de procédés de raffinage classiques d'huiles végétales et parviennent à réduire les mauvaises odeurs et les saveurs typiques des huiles de poisson de manière à permettre leur utilisation nutritive et

30 nutraceutique. Certains de ces processus sont divulgués dans les brevets US 4915876, 4874629, 4804555, 4599143 et 4838997, entre autres. Un avantage des procédés de raffinage d'huile de poisson connues, en plus d'être capable de rendre ces huiles impropres à la consommation humaine, est que dans ces processus, pas de pertes significatives ne sont produites dans la concentration originale d'acides gras  $\omega$ -3 dans les huiles.

35 Néanmoins, la préparation de produits nutraceutiques et pharmaceutiques spéciaux exige que les produits avec une teneur en acides gras  $\omega$ -3 supérieurs à 60%, au moins 70%, de préférence

supérieure à 80% en poids, ce qui évidemment ne peut être atteint en utilisant les procédés de raffinage d'huiles traditionnelles.

Il existe de nombreux procédés de l'état de l'art pour la production de concentrés d'une teneur en acides gras  $\omega$ -3 supérieure à 60% en poids à base d'huiles d'origine marine. Vu que l'EPA et le DHA se trouvent dans les huiles marines principalement sous forme de triglycérides et / ou de phospholipides comme dans le cas du krill, la plupart des procédés de concentration commencent avec le produit chimique ou la transestérification enzymatique des huiles avec un alcool, généralement l'éthanol, ou l'hydrolyse des huiles avec une solution aqueuse alcaline pour former des sels d'acides gras et des acides libres à partir de ces sels. Les produits de la transestérification ou de l'hydrolyse sont ensuite soumis au processus de fractionnement pour parvenir aux produits désirés. Normalement, il est impossible d'obtenir des concentrés d'une teneur élevée en acides gras  $\omega$ -3 avec une technique de fractionnement unique, donc une combinaison de techniques est utilisée.

La formation de complexes avec l'urée est l'une des techniques de fractionnement plus couramment utilisés pour la récupération des concentrés ayant une teneur élevée en EPA et / ou DHA.

L'urée a la caractéristique de former des complexes solides ou produits d'addition avec des composés organiques aliphatiques saturés. Quand une solution d'urée est ajoutée à une composition dérivée de l'huile contenant des acides gras libres ou de leurs esters avec un alcool monovalent, un complexe cristallin ou un produit d'addition est formé qui contient la fraction la plus saturée des deux acides. Les complexes peuvent ensuite être retirés, laissant un produit raffiné des acides les plus insaturés. Le procédé de complexation a été utilisé à la fois avec les acides libres ainsi que leur esters méthyliques ou éthyliques.

Le raffinat peut alors être soumis à d'autres phases de fractionnement, comme, par exemple, la distillation moléculaire d'un ou de plusieurs phases, ce qui permet aux produits d'être obtenus avec plus de 80% en poids d'acides gras  $\omega$ -3, tels que décrits par Breivik et al., dans le brevet US 5,945,318.

D'autres techniques de purification du raffinat à l'aide d'urée qui ont été utilisées comprennent la cristallisation fractionnée du raffinat en présence d'un solvant organique tel que l'acétone décrit par Rubin et al. dans le brevet US 4,792,418 ; la chromatographie en phase liquide haute pression du raffinat sur des colonnes remplies avec Ag-silice ou Ag-alumine décrite par Lee dans le brevet US 6664405 et le traitement du raffinat avec du charbon actif et de l'hexane, décrit par Wang dans le brevet US 5,679,809.

Néanmoins, les processus qui impliquent l'utilisation d'urée présentent divers inconvénients et désagréments. Le premier d'entre eux est le taux de récupération faible des acides gras  $\omega$ -3, normalement d'environ 30% vu que les produits d'addition d'urée, en plus des acides gras saturés, contiennent également des quantités considérables d'acides gras  $\omega$ -3 et à l'heure actuelle il n'existe pas de procédé économiquement efficace pour la récupération des acides gras insaturés des produits d'addition d'urée, ce qui rend le processus très coûteux et nécessitant l'utilisation d'équipements complexes et d'installations à grande échelle par rapport à la production. Par exemple, pour chaque tonne d'huile de poisson, entre 60 et 80 kilos du produit final sont

récupérées, ce qui représente moins de 8% (Breivik, Harald [2007], «Long Chain Omega-3 Specialty Oils», The Oily Press).

5 En outre, la grande quantité de produits d'addition d'urée formée, parce que pour chaque tonne d'huile marine, un à trois tonnes d'urée sont utilisées, représente un formidable défi pour son élimination de l'environnement, et, en outre, la production de deux puissants carcinogènes, méthyle ou éthyle carbamates, a également été signalée dans le processus acides gras  $\omega$ -3 (Cañas Bl, Yurawecz MP [1999] "Ethyl carbamate formation during urea complexation for fractionation of fatty acids". J. Am Oil Chem Soc 76:537).

10 Malgré les inconvénients et les complexités du processus de raffinage d'acides gras  $\omega$ -3 à l'aide de l'urée, ces processus représentent plus de 85% de la production mondiale actuelle de concentrés d'une teneur de plus de 80% en acides gras  $\omega$ -3.

15 Peu de processus ont été décrits pour la production d'acides gras  $\omega$ -3 concentrés qui ne recourent pas à une phase de fractionnement avec l'urée. L'un d'eux est le processus décrit par Kokubu et al. dans la demande de brevet japonais JP 1982000131654 dans laquelle l'huile de poisson, après une hydrolyse alcaline, est refroidi entre 25 et 5 °C pour précipiter les savons d'acides gras saturés. Le surnageant, une fois séparé, il lui est rajouté de l'eau, un solvant organique est extrait comme l'hexane, l'éther de pétrole, le benzène ou un autre solvant organique. La phase aqueuse extraite est acidifiée avec un acide minéral pour former une phase aqueuse et une phase organique contenant les acides gras formés, ils sont extraits à nouveau avec un solvant organique comme l'hexane, l'éther de pétrole, le benzène ou un autre solvant organique, et la phase organique extraite est soumise à une décoloration et une désodorisation par adsorption et distillation à la vapeur ou par distillation moléculaire.

20 Le procédé décrit est seulement capable de produire des concentrés à teneur entre 60 à 70% en EPA et DHA, ce qui est encore insuffisant pour la formulation de produits spéciaux pour un usage pharmaceutique et nutraceutique. En outre, il utilise une ou plusieurs phases d'extraction avec des hydrocarbures ou des solvants hydrocarbonés dont la concentration autorisée dans les produits destinés à la consommation humaine maximale est très limitée. Dans les procédés de fabrication d'ingrédients nutraceutiques ou pharmaceutiques, l'utilisation de solvants organiques dont la concentration maximale autorisée dans les produits destinés à la consommation humaine est très faible, inférieure à 1 mg / kg (comme dans le cas de l'hexane) n'est pas pratique, parce que parmi 30 d'autres inconvénients techniques et économiques, la suppression de ces solvants, pour être en mesure de se conformer aux règlements, pourraient affecter la qualité des acides gras  $\omega$ -3.

35 Morgan, dans la demande WO 2009/20406 A1, décrit un procédé de concentration d'acides gras  $\omega$ -3 à partir d'huiles de poisson par hydrolyse à basse température et n'utilise pas des solvants organiques dont la concentration maximale autorisée dans les produits destinés à la consommation humaine est très faible, moins de 1 mg / kg. Les concentrations d'acides gras  $\omega$ -3 qui peuvent être atteintes dans le procédé décrit ne sont pas révélées dans la description, mais les exemples indiquent que les concentrations des produits directs du procédé décrit varient entre 46 à 65%. Bien qu'il soit évident, l'inventeur révèle que les acides gras enrichis en acides gras polyinsaturés 40 "obtenus en utilisant les méthodes de l'invention peuvent encore être purifiés au moyen de

A

techniques connues telles que la distillation, la cristallisation fractionnée ou la formation d'un complexe d'urée". Dans l'exemple 2, la concentration d'acides gras  $\omega$ -3 du produit obtenu directement au moyen du procédé de l'invention est de 65%. Le produit soumis à une phase de recristallisation (exemple 3) avait une teneur de 75% d'acides gras  $\omega$ -3, encore insuffisante pour une utilisation spéciale en nutraceutique et pharmaceutique.

Un autre procédé est décrit par Cornieri et al. dans le brevet US 5130061 où, après la transestérification chimique de l'huile de poisson, les esters sont extraits avec un solvant organique comme l'hexane et après élimination du solvant, le produit est soumis à une chromatographie sur gel de silice suivie d'une distillation moléculaire pour obtenir un concentré d'EPA et de DHA ayant moins de 70 % en poids. Pour augmenter la concentration, le produit chromatographié est d'abord dissous dans l'acétone et cristallisé à  $-40^{\circ}\text{C}$  et le produit cristallisé est soumis à une distillation moléculaire en deux phases, conduisant à un produit contenant des esters DHA compris entre 85 et 95% en poids. Ce processus a également recours à l'utilisation de l'hexane ayant les inconvénients mentionnés ci-dessus. La phase de purification chromatographique rend le procédé économiquement attrayant, et sa mise en œuvre industrielle est également complexe. En outre, le taux de récupération des acides gras  $\omega$ -3 est faible, moins de 30%.

Jusqu'en 1986, la société norvégienne Jahres Fabrikker a produit un concentré d'EPA et de DHA à partir de l'huile de poisson. Le procédé est composé de saponification de l'huile de poisson avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium pour former des savons solides qui ont ensuite été extraits avec un solvant, généralement le méthanol. L'extrait au méthanol a été acidulé et les acides gras libres ayant une teneur en EPA et DHA de 50% ont été isolés. (Breivik, Harald [2007] "Long Chain Omega-3 Specialty Oils" The Oily Press). Les acides gras ont été distillés par distillation moléculaire pour atteindre une concentration maximale de 65%.

Pas de processus efficaces sont connus dans l'état de l'art pour l'obtention de concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 avec une teneur en acides gras  $\omega$ -3 à plus de 80% qui n'ont pas recours à un fractionnement avec l'urée ou des solvants organiques, comme les hydrocarbures dont la concentration maximale admissible dans les produits destinés à la consommation humaine est limitée.

Pour les applications spéciales pharmaceutiques et nutraceutiques, il est important que dans les concentrés d'acides gras  $\omega$ -3, ces acides gras correspondent aux isomères naturels avec toutes les configurations cis et avec des doubles liaisons disposées dans un système de doubles liaisons isolées séparées l'une de l'autre par un groupe méthyle.

Néanmoins, au cours des procédés de production de concentrés d'acides gras  $\omega$ -3, des isomères de type trans et des isomères conjugués sont également produits lorsque deux ou plusieurs doubles liaisons sont séparées par une seule liaison simple.

Des processus ont été divulgués pour la production de concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 dans lesquels les modifications de la configuration naturelle de ces acides n'ont pas eu lieu, mais sans aucune référence au problème d'isomérisation des doubles liaisons. Étonnamment, il a été constaté que

dans les produits obtenus par le procédé de cette invention, aucun isomères de type trans n'a été détecté, ni des isomères à doubles liaisons conjuguées.

Par conséquent, l'objectif de cette invention est de fournir un procédé simple et efficace qui n'utilise pas de fractionnement avec l'urée ni des solvants organiques dont la concentration maximale autorisée dans les produits destinés à la consommation humaine est limitée, pour la production de  
5 concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 contenant plus de 80% d'acides gras  $\omega$ -3 à base de compositions de substances contenant ces acides gras sous forme d'esters ou d'acides gras libres, convenant à l'alimentation humaine et de qualité pharmaceutique.

Ce but est atteint par le procédé qui comprend les phases consistant à:

- 10 a) mettre en contact la composition de substances avec de l'éthanol à au moins 96 % en poids et un hydroxyde d'un métal alcalin à une température comprise entre 60 et 200 °C pour former un mélange liquide comprenant des sels alcalins d'acides gras;
- b) refroidir le mélange liquide à une température comprise entre 50 et -20 °C afin de former une phase solide et une phase liquide et séparer la phase liquide de la phase solide;
- 15 c) mettre en contact la phase liquide séparée obtenue à la phase b) avec un acide afin de former un mélange acidifié présentant une teneur en eau inférieure à 10%, le mélange étant constitué d'une phase solide qui comprend le sel alcalin métallique de l'acide, et une phase liquide qui comprend les acides gras  $\omega$ -3;
- d) chauffer le mélange obtenu à la phase c) à une température comprise entre 50 et 150 °C en  
20 présence d'un catalyseur d'estérification afin de former un mélange contenant des esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3;
- e) mettre en contact le mélange obtenu à la phase d) avec un alcali pour former un mélange neutralisé;
- 25 f) distiller le mélange neutralisé afin d'obtenir un distillat contenant plus de 80 % en poids d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3.

#### DESCRIPTION DETAILLÉE DE L'INVENTION

Pour le procédé décrit dans cette demande de brevet, la matière première utilisée est une composition de substances qui contient des acides gras  $\omega$ -3 estérifiés soit sous forme de  
30 triglycérides, de phospholipides ou d'autres formes, comme les huiles ou les graisses d'origine animale, tels que l'huile de poisson brut ou raffiné de différentes espèces comme la sardine, le chinchard, l'anchois, le saumon, la morue, le krill, les microalgues marines comme le *Phaeodactylum tricornotum*, le *Nannochloropsis* sp, d'origine végétale tels que les huiles végétales de lin, les graines de chanvre, les mélanges d'huiles ou de graisses d'origine marine avec des huiles végétales, ou  
35 également sous la forme de mono-esters ou d'acides gras libres, les produits de différentes sources commerciales ou de procédés. Typiquement, la teneur combinée d'acides gras  $\omega$ -3 (EPA et DHA)



dans les huiles de poisson se situe entre 10 à 35% en poids, tandis que dans les huiles végétales (ALA), il est très variable et peut atteindre près de 50% comme dans l'huile de lin. Dans cette invention, le mot huile comprend également des graisses qui contiennent des acides gras  $\omega$ -3. La différence entre l'huile et la graisse se trouve en ce que l'huile est liquide tandis que la graisse est solide à température ambiante. Les lipides extraits de diverses micro-algues marines sont solides à température ambiante et peuvent contenir de 5 à 30% d'acides gras  $\omega$ -3. Aussi utiles comme matière première pour cette invention sont les lipides extraits d'insectes, de larves d'insectes et de plantes génétiquement modifiées pour la production d'une longue chaîne d'acides gras  $\omega$ -3.

Afin de réaliser l'invention, la matière première contenant des acides gras  $\omega$ -3 est soumise d'abord à une phase de saponification ou de neutralisation avec une hydroxyde d'un métal alcalin pour former un mélange ayant réagi comprenant les sels de métaux alcalins des acides gras. A cette fin, la matière première est mise en contact avec de l'éthanol de préférence anhydre, ayant une teneur en eau d'au plus 4% en poids, de préférence moins de 1% en poids et avec un hydroxyde d'un métal alcalin, de préférence hydroxyde de sodium, ou une solution hydroxyde d'un métal alcalin de préférence hydroxyde de sodium, à une température comprise entre 60 et 200 °C, de préférence à 120 °C à basse pression. Si une solution d'hydroxyde de sodium est utilisée, la solution d'hydroxyde de sodium est sélectionnée à partir du groupe consistant en une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de plus de 40% en poids et une solution en éthanol d'hydroxyde de sodium de plus de 50% en poids. A cette température, le temps de réaction de saponification ou de neutralisation de la matière première prend seulement quelques minutes, ce qui permet également d'établir une réaction dans un processus simple et continu. La quantité d'éthanol utilisée dans la réaction peut varier entre 0,5 et 10 kg par kg de composition de substances, de préférence entre 1 à 6 kg par kg de matière première, alors que la quantité d'hydroxyde de métal alcalin utilisé dans la réaction est égal ou supérieur à 90% de matière molaire, de préférence supérieur à 100%, de l'indice de saponification qui, dans le cas de l'utilisation d'hydroxyde de sodium, représente au moins 0,712 g d'hydroxyde de sodium par kg de matière première multiplié par l'indice de saponification de la matière première. La réaction peut être effectuée en discontinu ou en continu dans une cuve à agitation ou dans un réacteur tubulaire ou dans un autre type habituellement utilisé pour la saponification des huiles et graisses. Lorsque la matière première utilisée est l'huile de poisson, brute ou raffinée, seul ou combiné avec de l'huile végétale, cette matière première ou huile de poisson brute ou raffinée peut optionnellement être purifiée pour éliminer les éventuels contaminants organiques persistants (COP) qui peuvent être présents au moyen de procédés connus dans l'état de l'art. Les COP sont des produits chimiques toxiques qui s'accumulent dans les tissus adipeux des organismes vivants. Des niveaux relativement élevés de COP ont été trouvés dans différentes espèces de poissons et par conséquent dans les plats et huiles produits à partir de ces espèces. Les COP comprennent des pesticides, des produits chimiques industriels comme les polychlorobiphényles, les sous-produits des procédés industriels comme les dioxines et les furannes. De plus, une phase d'élimination des COP peut être appliquée dans les produits de cette invention.

A la fin de cette phase, le mélange de réaction est refroidi à une température comprise entre 50 et -20 °C, de préférence entre 50 et 0 °C, ce qui conduit à un précipité comprenant des acides gras saturés et également une partie des sels de métaux alcalins formés au cours de la réaction. Le refroidissement du mélange ayant réagi peut être réalisé soit en lots soit en continu dans un

5 récipient agité, disponible avec tout agitateur mécanique, comme des turbines à pales plates ou des  
agitateurs d'ancrage, entre autres, ou être refroidis par mur et/ou par évaporation. Le  
refroidissement peut être effectué aussi bien dans le réacteur tubulaire, de préférence agité avec  
agitateur avec racleurs de surface, ou d'autres types habituellement utilisés dans la cristallisation  
des huiles et des graisses. Ensuite la phase solide, qui comprend les sels de métal alcalin précipité et  
la phase liquide du mélange refroidi produit sont séparées par des moyens mécaniques tels que la  
centrifugation ou la filtration, de préférence sous vide ou par filtration sous pression.  
Optionnellement, la phase liquide ou la phase solide concentrées préalablement par évaporation  
peuvent être refroidies à nouveau jusqu'à la précipitation davantage de solides et ensuite séparer la  
10 phase liquide du solide précipité comme décrit, et ensuite soumettre cette phase liquide du solide  
précipité à la phase d'acidification suivante.

15 La phase de liquide séparé est ensuite acidifiée avec un acide ou avec un mélange d'acide avec  
éthanol, de préférence l'acide sulfurique, pour obtenir un mélange acidifié comprenant un phase  
liquide comprenant des acides gras  $\omega$ -3 libres et une phase solide contenant le métal alcalin ou le sel  
de sodium de l'acide. Le mélange acidifié contient moins de 10% en poids de l'eau, de préférence  
moins de 5%, ce qui permet la génération d'une phase liquide et un solide suspendu dans ladite  
phase liquide. La quantité d'acide dans le mélange d'acide et d'éthanol est inférieure à 50% en poids.  
Si l'acide sulfurique est utilisé, il serait recommandable qu'une solution d'éthanol soit préparée de  
préférence inférieure à 20% et à une température inférieure à 20 °C, de préférence inférieure à 10  
20 °C, de manière à éviter la formation de sulfates d'éthanol. La quantité d'acide ou de la solution  
acide-éthanol à être utilisée dépendra de l'alcalinité de la phase liquide séparée après la phase de  
refroidissement, en utilisant un léger excès, compris entre 1% et 10% au-dessus de la valeur  
stoechiométrique du total d'alcalinité. De préférence, le sel de métal alcalin ou sodium alcalin formé  
lors de la phase d'acidification, étant pratiquement insoluble dans le mélange acidifié, est séparé du  
25 mélange acidifié, de préférence par centrifugation, filtration ou décantation, laissant un liquide  
clarifié comprenant des acides gras  $\omega$ -3.

30 Le mélange acidifié ou le liquide clarifié est chauffé à une température comprise entre 50 et 150 °C  
de sorte que les acides gras réagissent avec l'éthanol présent pour former un mélange esthérifié  
comprenant des esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3. Durant l'esthérification, au cas où la phase  
d'acidification a été effectuée avec de l'acide sulfurique, cet acide agit également comme catalyseur  
de la réaction d'esthérification. Cependant, si cela est souhaité, il est possible de rajouter davantage  
d'acide sulfurique ou un autre catalyseur d'esthérification tel que l'acide sulfonique p-toluène au  
mélange acidifié ou au liquide clarifié avant ou en cours de son réchauffement. De même, au cas où  
la phase d'acidification a été effectuée avec un acide autre que l'acide sulfurique, tel que l'acide  
35 hydrochlorique, un catalyseur d'esthérification doit être rajouté au mélange acidifié ou au liquide  
clarifié avant ou en cours de son réchauffement. Il est pratique de minimiser l'usage de l'eau dans  
les phases précédentes vu que ceci affecte la conversion d'esthérification des acides gras.

40 Ensuite, le mélange esthérifié est mis en contact avec une solution aqueuse ou éthanolique d'un  
alcali choisi dans le groupe formé par un oxyde, un hydroxyde ou un carbonate d'un métal alcalin,  
l'ammoniac et l'hydroxyde d'ammonium alcalin, de préférence l'hydroxyde de sodium pour former  
un mélange neutralisé ou alcalin. Ensuite, les esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 sont repris du

1

mélange neutralisé par le biais de techniques évidentes aux personnes de l'art, et qui sont illustrées par les exemples. Une alternative de reprise des esters éthyliques du mélange neutralisé ou alcalin est exécutée en mettant en contact une solution éthanol d'hydroxyde de sodium avec le mélange esthérifié pour former le mélange neutralisé ou alcalin, évaporant le solvant du mélange neutralisé ou alcalin pour former un résidu formé par une phase légère qui comprend des esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 et une phase lourde qui comprend des sels inorganiques ou de la glycérine et la séparation des deux phases par décantation ou centrifugation. Optionnellement, la phase légère est lavée avec de l'eau ou un solution aqueuse de sel.

Une autre alternative consiste à mettre en contact le mélange esthérifié avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium pour former un mélange neutralisé contenant une phase légère comprenant des esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 et une phase lourde qui comprend des sels inorganiques, de l'eau, de l'éthanol ou de la glycérine. Ces phases sont séparées par décantation ou centrifugation. Optionnellement, la phase légère est lavée avec de l'eau ou un solution aqueuse de sel.

Ensuite, la phase légère séparée du mélange neutralisé, comprenant des esters éthyliques ou des acides gras  $\omega$ -3 est soumise à une ou plusieurs phases de distillation par aspiration afin d'obtenir un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 à teneur supérieure à 80%, habituellement supérieure à 90%. La phase de distillation est effectuée de préférence dans un distillateur moléculaire ou de court chemin à une température comprise entre 100 et 250 °C et à une pression de moins de 1 mbar. Lorsque la matière première consiste en de l'huile de poisson, le procédé de cette invention permet typiquement d'obtenir des concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 EPA et DHA supérieurs à 80%.

Le procédé de la présente invention a l'avantage supplémentaire de taux de récupération élevé d'acides gras  $\omega$ -3 supérieur à 30%, habituellement supérieur à 40% d'efficacité si l'huile de poisson est utilisée comme matière première, un chiffre étonnamment élevé en lien avec les procédés de l'état de l'art. De plus, le procédé de cette invention permet le traitement de matières premières à faible teneur en acides gras  $\omega$ -3, sans détrimement pour la grande efficacité du procédé. Au contraire, les procédés industriels pour la production de concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 avec l'urée et la distillation moléculaire nécessitent des matières premières à grande teneur en acides gras  $\omega$ -3, typiquement plus de 28%. De plus, tous les produits des phases du procédé de cette invention ont une application industrielle directe qui se traduit par une utilisation efficace d'une matière première renouvelable.

Étonnamment, les composés non désirés, tels que les acides gras trans ou les produit de sulfate d'éthanol, tels que le sulfate diéthyle, n'ont pas été détectés dans le procédé exposé, comme il est évident à partir des questions. De plus ; les esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 n'ont pas de doubles liaisons conjuguées.

Exemples

A

Les analyses du contenu et du profile d'acides gras  $\omega$ -3, dans la matière première et dans les produits, ont été effectuées selon les procédures exposées dans l' « Official methods and recommended practices of the AOCS », 6ème édition.

## 5 Exemple 1

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3, à commencer par l'huile de sardine.

276 g d'hydroxyde de sodium, 6 kg d'éthanol à 99,2% et 2 kg d'huile de sardine (SouthPacific Korp, ayant une teneur totale en acides gras  $\omega$ -3 de 32,9% ; 16,8 % d'EPA et 11,3% de DHA) ont été mélangés dans un réacteur de pression de 20 litres avec un mélangeur. Le mélange a été chauffé à 120 °C sous agitation à 250 rpm pendant 5 minutes, puis laissé pour refroidir à 35 °C sous agitation à 100 rpm.

Le mélange refroidi est filtré par aspiration dans un entonnoir Büchner & Kitasato à travers un tissu de polyester et un premier filtrat est recueilli. Le produit de filtration est lavé avec 6000 g d'éthanol, recueillant un deuxième filtrat qui est mélangé avec le premier filtrat.

Les filtrats ont été mélangés avec 1700 g d'une solution d'acide sulfurique à 10% dans l'éthanol à 0 °C et un mélange acidifié formé de solides insolubles dispersés. Les solides ont été séparés par centrifugation et une solution clarifiée a été obtenue.

La solution clarifiée a été chargée dans un réacteur agité ayant un condenseur externe connecté à une ligne de vide. 70% de la charge a été distillé à température ambiante, puis on a ajouté 25 g d'acide sulfurique à 20% dans l'éthanol et le mélange formé a été chauffé à 76 °C pendant 30 minutes et laissé refroidir à 20 °C. Par la suite, 150 g d'une solution d'hydroxyde de sodium à 8% dans l'éthanol est ajoutée, et la totalité d'éthanol présent est ensuite évaporé jusqu'à la pression de 10 mbar. Le résidu final a été laissé au repos pendant 5 minutes, pour séparer environ 205 g d'une phase lourde. La phase légère a été lavée avec de l'eau et 1056 g d'esters éthyliques bruts ont été repris.

Les esters éthyliques bruts ont été introduits dans un distillateur à chemin court, marque UIC, modèle KDL 5, et distillés en deux phases. Dans la première phase, le distillat a été fait à une température de 85 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,02 mbar. Le résidu est recueilli et distillé dans une deuxième phase à une température de 110 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,01 mbar, recueillant 451 g de distillat avec une teneur en esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 de 97,1% ; esters éthyliques d'EPA 45,2% et esters éthyliques de DHA 37,3%.

Le taux global de récupération d'acides gras  $\omega$ -3 a été de 60%.

35

## Exemple 2

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 de l'huile de maquereau.

281 g d'hydroxyde de sodium, 11 kg à 99,2% d'éthanol et 2 kg de maquereau (SouthPacific Korp, ayant une teneur totale d'acides gras  $\omega$ -3 de 38,5% ; 12,5% d'EPA et 20,4% de DHA) ont été mélangés dans un réacteur de pression de 20 litres avec un mélangeur. Le mélange a été chauffé à 120 °C sous agitation à 250 rpm pendant 5 minutes, puis laissé pour refroidir à 5 °C sous agitation à 100 rpm.

Le mélange refroidi est filtré par aspiration dans un entonnoir Büchner & Kitasato à travers un tissu de polyester et un premier filtrat est recueilli. Le produit de filtration est lavé avec 3000 g d'éthanol, recueillant un deuxième filtrat qui est mélangé avec le premier filtrat.

Les filtrats ont été mélangés avec 370 g de HCl à 36% préalablement dissous avec 370 g d'éthanol, et un mélange acidifié formé de solides insolubles dispersés. Les solides ont été séparés par centrifugation et une solution clarifiée a été obtenue.

La solution clarifiée a été mélangée avec 6 g d'acide sulfonique p-toluène dans un réacteur agité ayant un mélangeur, un condenseur externe connecté à une ligne de vide. 70% de la charge a été distillée à température ambiante, puis on a ajouté 20 g d'hydroxyde de sodium à 50% et la totalité de l'éthanol présent est ensuite évaporé jusqu'à la pression de 10 mbar. Le résidu a été laissé au repos pour séparer une phase lourde. La phase légère a été lavée avec une solution aqueuse de sulfate de sodium à 2% et 977 g d'esters éthyliques bruts ont été repris.

Les esters éthyliques bruts ont été introduits dans un distillateur à chemin court, marque UIC, modèle KDL 5, et distillés en deux phases. Dans la première phase, le distillat a été fait à une température de 84 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,02 mbar. Le résidu est recueilli et distillé dans une deuxième phase à une température de 114 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,01 mbar, recueillant 508 g de distillat avec une teneur en esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 de 92,6% ; esters éthyliques d'EPA 30,2% et esters éthyliques de DHA 52,3%.

Le taux global de récupération d'acides gras  $\omega$ -3 a été de 56%.

### Exemple 3

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 de l'huile de lin.

560 g d'hydroxyde de sodium à 50%, 10 kg d'éthanol à 99,2% et 2 kg d'huile de lin (SouthPacific Korp, ayant une teneur totale d'acides gras  $\omega$ -3 de 51,7% ; 51,7% d'ALA) ont été mélangés dans un réacteur de pression de 20 litres avec un mélangeur. Le mélange a été chauffé à 80 °C sous agitation à 250 rpm pendant 25 minutes, puis laissé pour refroidir à 0 °C sous agitation à 100 rpm.

Le mélange refroidi est filtré par aspiration dans un entonnoir Büchner & Kitasato à travers un tissu de polyester et un premier filtrat est recueilli. Le produit de filtration est lavé avec 2000 g d'éthanol, recueillant un deuxième filtrat qui est mélangé avec le premier filtrat.

Les filtrats ont été mélangés avec 180 g d'acide sulfurique concentré et un mélange acidifié a été formé avec des solides insolubles dispersés.

5 La solution clarifiée a été mélangée avec 7 g d'acide sulfonique p-toluène dans un réacteur agité ayant un mélangeur, un condenseur externe connecté à une ligne de vide. 70% de la charge a été distillée à température ambiante, puis on a filtré le mélange concentré sous pression pour obtenir un produit clarifié auquel 20 g d'hydroxyde de sodium à 50% sont ajoutés, et la totalité de l'éthanol présent est ensuite évaporé jusqu'à la pression de 10 mbar. Le résidu a été laissé au repos pour séparer une phase lourde. La phase légère a été lavée avec de l'eau et 871 g d'esters éthyliques bruts ont été repris.

10 Les esters éthyliques bruts ont été introduits dans un distillateur à chemin court, marque UIC, modèle KDL 5, et distillés en deux phases. Dans la première phase, le distillat a été fait à une température de 72 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,02 mbar. Le résidu est recueilli et distillé dans une deuxième phase à une température de 95 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,01 mbar, recueillant 580 g de distillat avec  
15 une teneur en esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 de 89,6% ; esters éthyliques d'ALA 89,6%.

Le taux global de récupération d'acides gras  $\omega$ -3 a été de 45%.

#### Exemple 4

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 de l'huile de krill.

20 Le test de l'exemple 1 a été répété, en utilisant l'huile de krill avec une teneur en acides gras  $\omega$ -3 de 27,5% ; 9,5% d'EPA et 15,4% de DHA.

354 g de distillat final a été obtenu, avec une teneur en acides gras  $\omega$ -3 de 92,3% ; 28,3% d'esters éthyliques d'EPA et 56,6% d'esters éthyliques de DHA.

Le taux global de récupération d'acides gras  $\omega$ -3 a été de 54%.

25

#### Exemple 5

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 à partir d'un mélange d'huile de lin et de sardine.

30 Le test de l'exemple 1 a été répété, en utilisant 500 g d'huile de lin de l'exemple 3 et 1500 g d'huile de sardine de l'exemple 1.

514 g de distillat final a été obtenu, avec une teneur en acides gras  $\omega$ -3 de 88,9% ; 29,8% d'esters éthyliques d'ALA, 26,3% d'esters éthyliques d'EPA et 17,1% d'esters éthyliques de DHA.

Le taux global de récupération d'acides gras  $\omega$ -3 a été de 47%.

## Exemple 6

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 à partir des acides gras des poissons.

5 280 g d'hydroxyde de sodium, 10 kg d'éthanol à 99,2% et 2 kg d'acides gras libres de poisson (SouthPacific Korp, ayant une teneur totale d'acides gras  $\omega$ -3 de 26,8%; 13,6% d'EPA et 9,2% de DHA) ont été mélangés dans un réacteur de pression de 20 litres avec un mélangeur. Le mélange a été chauffé à 60 °C sous agitation à 250 rpm, puis laissé pour refroidir à 25 °C sous agitation à 100 rpm.

10 Le mélange refroidi est filtré par aspiration dans un entonnoir Büchner & Kitasato à travers un tissu de polyester et un premier filtrat est recueilli. Le produit de filtration est lavé avec 3000 g d'éthanol, recueillant un deuxième filtrat qui est mélangé avec le premier filtrat.

15 Les filtrats ont été mélangés avec 400 g de HCl à 36% préalablement dissous avec 400 g d'éthanol, et un mélange acidifié formé de solides insolubles dispersés. Les solides ont été séparés par centrifugation et une solution clarifiée a été obtenue.

20 La solution clarifiée a été mélangée avec 5 g d'acide sulfonique p-toluène dans un réacteur agité ayant un mélangeur, un condenseur externe connecté à une ligne de vide. 70% de la charge a été distillée à température ambiante, puis on a ajouté 100 g d'hydroxyde de sodium à 8% et la totalité de l'éthanol présent est ensuite évaporé jusqu'à la pression de 10 mbar. Le résidu a été laissé au repos pour séparer une phase lourde. La phase légère a été lavée avec de l'eau et 820 g d'esters éthyliques bruts ont été repris.

25 Les esters éthyliques bruts ont été introduits dans un distillateur à chemin court, marque UIC, modèle KDL 5, et distillés en deux phases. Dans la première phase, le distillat a été fait à une température de 77 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,02 mbar. Le résidu est recueilli et distillé dans une deuxième phase à une température de 114 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,01 mbar, recueillant 409 g de distillat avec une teneur en esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 de 87,0% ; esters éthyliques d'EPA 40,5% et esters éthyliques de DHA 33,5%.

30 Le taux global de récupération d'acides gras  $\omega$ -3 a été de 60%.

## Exemple 7

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 à partir d'acides gras à partir d'huile de poissons à faible teneur en acides gras  $\omega$ -3.

A

Le test de l'exemple 1 a été répété, en utilisant de l'huile de poisson brute de basse qualité ayant une teneur en acides gras  $\omega$ -3 de 23,5% ; 12,5% d'EPA et 8,4% de DHA et un numéro acide de 19 mg KOH/g échantillon.

235 g de distillat final a été obtenu, avec une teneur en acides gras  $\omega$ -3 de 90,3% ; 55,1% d'esters éthyliques d'EPA et 27,5% d'esters éthyliques de DHA.

Le taux global de récupération d'acides gras  $\omega$ -3 a été de 42%.

#### Exemple 8

L'obtention d'un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 à partir d'huile de sardine.

10 280 g d'hydroxyde de sodium, 6 kg d'éthanol à 99,2% et 2 kg d'acides gras libres de poisson (SouthPacific Korp, ayant une teneur totale d'acides gras  $\omega$ -3 de 32,9%; 16,8% d'EPA et 11,3% de DHA) ont été mélangés dans un réacteur de pression de 20 litres avec un mélangeur. Le mélange a été chauffé à 120 °C pendant 5 minutes sous agitation à 250 rpm, puis laissé pour refroidir à 48 °C sous agitation à 100 rpm.

15 Le mélange refroidi est filtré par aspiration dans un entonnoir Büchner & Kitasato à travers un tissu de polyester et un premier filtrat est recueilli. Le produit de filtration est lavé avec 2000 g d'éthanol, recueillant un deuxième filtrat qui est mélangé avec le premier filtrat. Le mélange de filtrats a été concentré par évaporation jusqu'à 50% de la charge, afin d'obtenir un résidu ayant été refroidi à 0 °C. Le résidu a été filtré et un troisième filtrat a été obtenu.

20 Le troisième filtrat a été mélangé avec 1200 g de solution d'acide sulfurique à 10% dans l'éthanol à 0 °C et un mélange acidifié formé avec des solides insolubles dispersés. Les solides ont été séparés par centrifugation et une solution clarifiée a été obtenue.

25 La solution clarifiée a été chargée dans un réacteur ayant un mélangeur, un condenseur externe connecté à une ligne de vide. 50% de la charge a été distillée à température ambiante, puis on a ajouté 25 g d'hydroxyde de sodium à 20%, chauffé à 78 °C pendant 30 minutes et refroidie à 20 °C. Par la suite, une solution d'hydroxyde de sodium à 8% dans l'éthanol est ajoutée, et la totalité d'éthanol présent est ensuite évaporé jusqu'à la pression de 10 mbar. Le résidu final a été laissé au repos, pour séparer la phase lourde. La phase légère a été lavée avec de l'eau et 556 g d'esters éthyliques bruts ont été repris.

30 Les esters éthyliques bruts ont été introduits dans un distillateur à chemin court, marque UIC, modèle KDL 5, et distillés en deux phases. Dans la première phase, le distillat a été fait à une température de 88 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,02 mbar. Le résidu est recueilli et distillé dans une deuxième phase à une température de 115 °C, température de condensation interne de 5 °C et la pression est de 0,01 mbar. Un concentré a été obtenu ayant  
35 une teneur en acides gras  $\omega$ -3 de 99,7%.



## Exemple 9

Analyse des acides gras trans dans les concentrés d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3.

Le contenu des acides gras trans dans les concentrés d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 dans les tests des exemples 1 à 8 a été analysé à l'aide de chromatography gazeuse.

- 5 Aucun acide gras trans n'a été détecté dans les échantillons de concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3 des exemples de cette invention.

## Exemple 10

Analyse des acides gras conjugués dans des concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3.

- 10 Le contenu d'acides gras conjugués dans les concentrés d'acides gras  $\omega$ -3 des tests des exemples 1 à 8 ont été analysés à l'aide de spectroscopie d'absorption UV.

Aucun acide gras conjugué n'a été détecté dans les échantillons de concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3 des exemples de cette invention.

## 15 Exemple 11

Analyse du sulfate de diéthyle (SDE) en concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3.

Une analyse a été faite du contenu SDE dans les concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3 des tests des exemples 1 à 8 à l'aide de chromatographie de gaz avec spectrométrie de masse.

- 20 Aucun SDE n'a été détecté dans les échantillons de concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3 dans les exemples de cette invention.

## Exemple 12

Détermination de l'acidité libre, indice peroxyde, indice anisidine

- 25 La valeur de l'acidité libre, l'indice peroxyde et l'indice anisidine des concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3 des tests des exemples 1 à 8 ont été déterminés à l'aide des procédures exposées dans l'AOCS.

L'acidité libre a été inférieure à 1 mg KOH/g d'échantillon pour tous les concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3.

- 30 L'indice peroxyde a été inférieur à 3 meq/kg d'échantillon pour tous les concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3.

La valeur d'anisidine a été inférieure à 15 pour tous les concentrés d'esters éthylés d'acides gras  $\omega$ -3.



## REVENDEICATIONS

- 5 1. Procédé efficace et simple pour obtenir un concentré qui contient approximativement 80 % en poids d'éthylesters d'acides gras  $\omega$ -3 à partir d'une composition de substances contenant des esters d'acides gras  $\omega$ -3 ou d'acides gras  $\omega$ -3 libres, comprenant les phases consistant à:
- a) mettre en contact la composition de substances avec de l'éthanol à au moins 96 % en poids et un hydroxyde d'un métal alcalin à une température comprise entre 60 et 200 °C pour former un mélange liquide comprenant des sels alcalins d'acides gras;
- 10 b) refroidir le mélange liquide à une température comprise entre 50 et -20 °C afin de former une phase solide et une phase liquide et séparer la phase liquide de la phase solide;
- c) mettre en contact la phase liquide séparée obtenue à la phase b) avec un acide afin de former un mélange acidifié présentant une teneur en eau inférieure à 10%, le mélange étant constitué d'une phase solide qui comprend le sel alcalin métallique de l'acide, et une phase liquide qui comprend les
- 15 acides gras  $\omega$ -3;
- d) chauffer le mélange obtenu à la phase c) à une température comprise entre 50 et 150 °C en présence d'un catalyseur d'estérification afin de former un mélange contenant des esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3;
- e) mettre en contact le mélange obtenu à la phase d) avec un alcali pour former un mélange
- 20 neutralisé;
- f) distiller le mélange neutralisé afin d'obtenir un distillat contenant plus de 80 % en poids d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3.
2. Procédé selon la revendication 1, CHARACTERISE parce que la température dans la phase a) est comprise entre 90 et 150 °C.
- 25 3. Procédé selon la revendication 2, CHARACTERISE parce que la température dans la phase a) est 120 °C.
4. Procédé selon la revendication 1, CHARACTERISE parce que la température dans la phase b) est comprise entre 50 et 0 °C.
5. Procédé selon la revendication 1, CHARACTERISE parce que l'acide dans la phase c) est sélectionné
- 30 à partir du groupe qui consiste en de l'acide sulfurique et l'acide hydrochlorique.
6. Un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 qui comprend plus de 80% en poids d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 CHARACTERISE parce que les esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 ont tous une configuration cis et leurs liaisons doubles sont séparées l'une de l'autre par une unité méthylène.

A

7. Un concentré d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 qui comprend plus de 80% en poids d'esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 produits selon l'une des revendications 1 à 5, CHARACTERISE parce que les esters éthyliques d'acides gras  $\omega$ -3 ont tous une configuration cis et leurs liaisons doubles sont séparées l'une de l'autre par une unité méthylène.

5

