



(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 39645 A1** (51) Cl. internationale : **C11B 1/10; B01J 19/10**
(43) Date de publication : **29.06.2018**

-
- (21) N° Dépôt : **39645**
(22) Date de Dépôt : **29.12.2016**
(71) Demandeur(s) : **Université Mohammed V RABAT , Avenue des Nations Unies, Agdal, bp 8007 NU, Rabat, 10000, Maroc (MA)**
(72) Inventeur(s) : **EL HAJJAJI Souad ; AMZAZI Saaïd ; AQIL Younes ; BELMAGHRAOUI Walid ; OUASSOR Ihssane ; EDDAIF Larbi**
(74) Mandataire : **KARTIT ZAID**

-
- (54) Titre : **Procédé d'extraction optimisée et valorisation des huiles végétales à partir des graines oléagineuses par ultrason à différentes fréquences.**
(57) Abrégé : La présente invention concerne l'optimisation de procédé d'extraction de l'huile végétale à partir de graines oléagineuses dans différents solvants (eau, solvants organiques, agro-solvants) sans traitement chimique préalable. Ce procédé consiste en la soumission du mélange (matière végétale + solvant) à des ondes ultrasons variant de 40 à 100KHz, à des températures faibles (inférieure à 45°C), pendant une durée de temps ne dépassant pas les deux heures et à l'abri de la lumière. Le rendement et la qualité de l'huile extraite sont améliorés.

Abrégé:

La présente invention concerne l'optimisation de procédé d'extraction de l'huile végétale à partir de graines oléagineuses dans différents solvants (eau, solvants organiques, agro-solvants) sans traitement chimique préalable. Ce procédé consiste en la soumission du mélange (matière végétale + solvant) à des ondes ultrasons variant de 40 à 100KHz, à des températures faibles (inférieure à 45°C), pendant une durée de temps ne dépassant pas les deux heures et à l'abri de la lumière. Le rendement et la qualité de l'huile extraite sont améliorés.

Titre : Procédé d'extraction optimisée et valorisation des huiles végétales à partir des graines oléagineuses par ultrason à différentes fréquences.

Description :

La présente invention concerne un procédé d'extraction de l'huile végétale comprise dans les graines oléagineuses à l'aide de solvant de polarité variable (eau, solvants organiques, ou bien d'agro solvants), sans traitement chimique préalable.

Les huiles végétales extraites de graines oléagineuses ont plusieurs utilisations dans des domaines sensibles tels que l'agroalimentaire, la cosmétique et la pharmacie. Ce sont des secteurs à réglementation très strictes vis-à-vis de la toxicité des huiles utilisées.

Plusieurs méthodes d'extraction d'huile à partir de matières premières naturelles ont été précédemment décrites. Dans la plupart des cas, les solvants utilisés sont polaires (eau, glycérine, alcool...), en moindre part apolaires (hexane, acétone, huile minérale, huile végétale, triglycérides à acides gras saturés).

Les agro solvants sont très prisés dans l'extraction des composés organiques, car d'origine naturelle et pouvant être considérés comme des solvants « actifs » largement utilisés en agroalimentaire et en cosmétique.

Les corps gras sont facilement solubilisés en solvant à l'aide d'un traitement de chauffage, cependant un chauffage très élevé présente un risque d'oxydation de l'extrait obtenu. Ceci est dû à la présence de doubles liaisons sur leurs acides gras constitutifs, qui ont tendance à s'oxyder.

Plusieurs méthodes ont été décrites auparavant pour l'extraction de composés naturels d'une origine végétale. On peut citer le brevet EP0639336 où est décrite une méthode de macération par un corps gras, cela dit la méthode reste peu performante vu son faible rendement.

D'autre part, la demande de brevet WO2008/132127 présente un procédé selon lequel l'extraction se fait par macération dans une huile de poisson à froid, en température ambiante et à l'abri de la lumière. Cependant, ce procédé représente l'inconvénient d'être d'une très longue durée de l'ordre de plusieurs jours, ce qui peut entraîner une oxydation de la matière extraite.

D'autres procédés ont été présentés pour l'extraction d'huile à partir de graines oléagineuses, d'écorce ou d'autres matières végétales à l'aide de dispositif ultrason à haute énergie. Comme il est le cas pour les brevets US20140206890 A1, EP0243220 B1 et EP2413706 A1. Ces brevets décrivent des méthodes qui permettent d'améliorer le rendement de l'extraction à l'aide d'ondes ultrasons divergentes dans un milieu contenant un solvant organique tel que l'hexane, le benzène, le trichloréthylène ou simplement à l'aide de l'eau. Les ondes utilisées pour ces méthodes sont de l'ordre de 15 kHz et peuvent atteindre jusqu'à plus de 400kHz. Pour la plupart des cas, un chauffage pouvant atteindre 190°C est utilisé, ce qui peut engendrer la dégradation des composés

chimiques extraits, ce qui est déconseillé pour les utilisations ultérieures de l'extrait dans les produits agroalimentaires ou cosmétiques. Dans certains procédés, une pression peut être décrite.

Différentes installations et appareillages d'extraction ont été mis en œuvre en brevets pour améliorer ce genre d'extraction, comme il est le cas pour US 8343562 B2, US20060204624 A1, EP0583200 A1. Ces brevets décrivent différents types d'installations ultrasons avec des conditions opératoires différentes. Tous les appareillages cités utilisent des ondes ultrasons de haute énergie, émises par des sonotrodes qui permettent d'émettre des ondes divergentes.

D'autres méthodes qui utilisent une activation par ultrason ont été également décrites. Dans ces procédés, les solvants utilisés sont généralement des solvants polaires tel que l'eau ou l'alcool, l'extraction est effectuée en présence d'air, comme il est le cas pour le brevet FR2803488 concernant l'extraction d'arômes naturels de truffes fraîches à une température de 120°C pendant 3 heures. Cependant la température utilisée risque d'endommager les composés chimiques d'intérêts.

La figure 1 représente le schéma d'installation pour l'extraction des huiles végétales par ultrasons à basse fréquence.

La figure 2 représente l'organigramme explicatif des étapes nécessaires pour effectuer l'extraction des huiles végétales.

La figure 3 illustre les résultats d'activités antioxydants par la méthode DPPH avec différentes concentration obtenus par l'huile de graines de figuier de barbarie extraite grâce à la présente méthode d'extraction.

L'objectif de la présente invention est de présenter des solutions efficaces aux inconvénients des méthodes d'extraction précédentes, en décrivant une technique d'extraction à haut rendement en utilisant plusieurs types de solvant en induisant des ondes ultrasons basses fréquences, ainsi qu'une meilleure qualité d'huile avec un pouvoir antioxydant supérieur.

Un autre objectif est de pouvoir mieux valoriser la matière végétale utilisée en ayant dépourvue cette dernière de toutes matières grasses comprises dans cette dernière. Ainsi qu'une économie d'énergie et une utilisation plus optimale des ondes ultrasons.

La présente invention a ainsi pour objet un procédé d'extraction de composés naturels non volatils, contenus dans une matière première solide d'origine naturelle, notamment des graines oléagineuses, à l'aide d'un solvant ou d'un mélange de solvants, sous ondes ultrasons à faibles fréquences tout en préservant la qualité de l'huile et en augmentant le rendement. Ce procédé comprend :

- Au moins une étape a) de mélange et d'imprégnation de la matière première solide avec le solvant. Il est indispensable de prévoir un premier point de contrôle (PC1) pour surveiller le temps d'imprégnation nécessaire.

- Au moins une étape b) de soumission du mélange obtenu à des ondes ultrasons à faibles fréquences, avec ou sans présence d'une faible température en milieu ambiant, pendant une durée de temps ne dépassant pas les deux heures à l'abri de la lumière. Il est nécessaire de prévoir un deuxième point de contrôle (PC2) pour surveiller la durée ainsi que la température aux quels est soumis le mélange pendant cet étape.

- Au moins une étape c) de filtration pour séparer le liquide obtenu dans la matière végétale solide dépourvue de sa matière grasse.

- Au moins une étape d) d'élimination du solvant utilisé du mélange liquide ainsi qu'une concentration de l'huile miscible dans le solvant, sous vide avec ou sans utilisation de températures faibles afin d'éviter la dégradation des composés chimiques extraits.

La présente invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation qui viennent d'être décrits, elle est au contraire susceptible de modifications et de variantes qui apparaîtront à l'homme de l'art. C'est ainsi que l'hexane pourrait être remplacé par de l'eau ou des agro-solvants tel que la glycérine ou l'alpha-pinène.

Revendications :

1. Procédé caractérisé par une étape de mélange et d'imprégnation des graines oléagineuses broyées avec le solvant, réalisé dans un réacteur fermé, de préférence sous vide, avec une émission des ondes ultrasons de faibles fréquences convergentes vers le centre du réacteur, comprise entre 50 et 100 kHz selon le type de graines utilisées, ce procédé est valable pour tous types de graines oléagineuses contenant des huiles fixes.
2. Procédé selon la revendication 1, peut être réalisé dans un domaine de température compris entre l'ambiante et jusqu'à 45°C selon le type de graines utilisées, au-delà de 45°C, le risque de dégradation des composés chimiques d'intérêt augmente significativement.
3. Procédé selon les revendications 1 et 2, réalisé en une courte durée de traitement ultrasonique ne dépassant pas les deux heures, selon le type de graines utilisées.
4. Procédé selon les revendications 1 et 2, réalisé en l'absence de la lumière, des rayons UV, et de tout autre rayonnement oxydant.

Dessins :

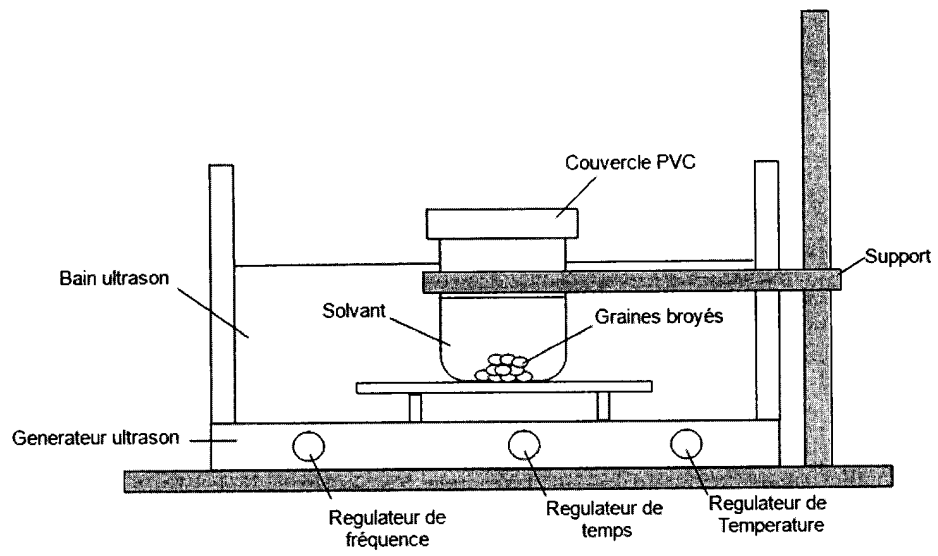


Figure 1

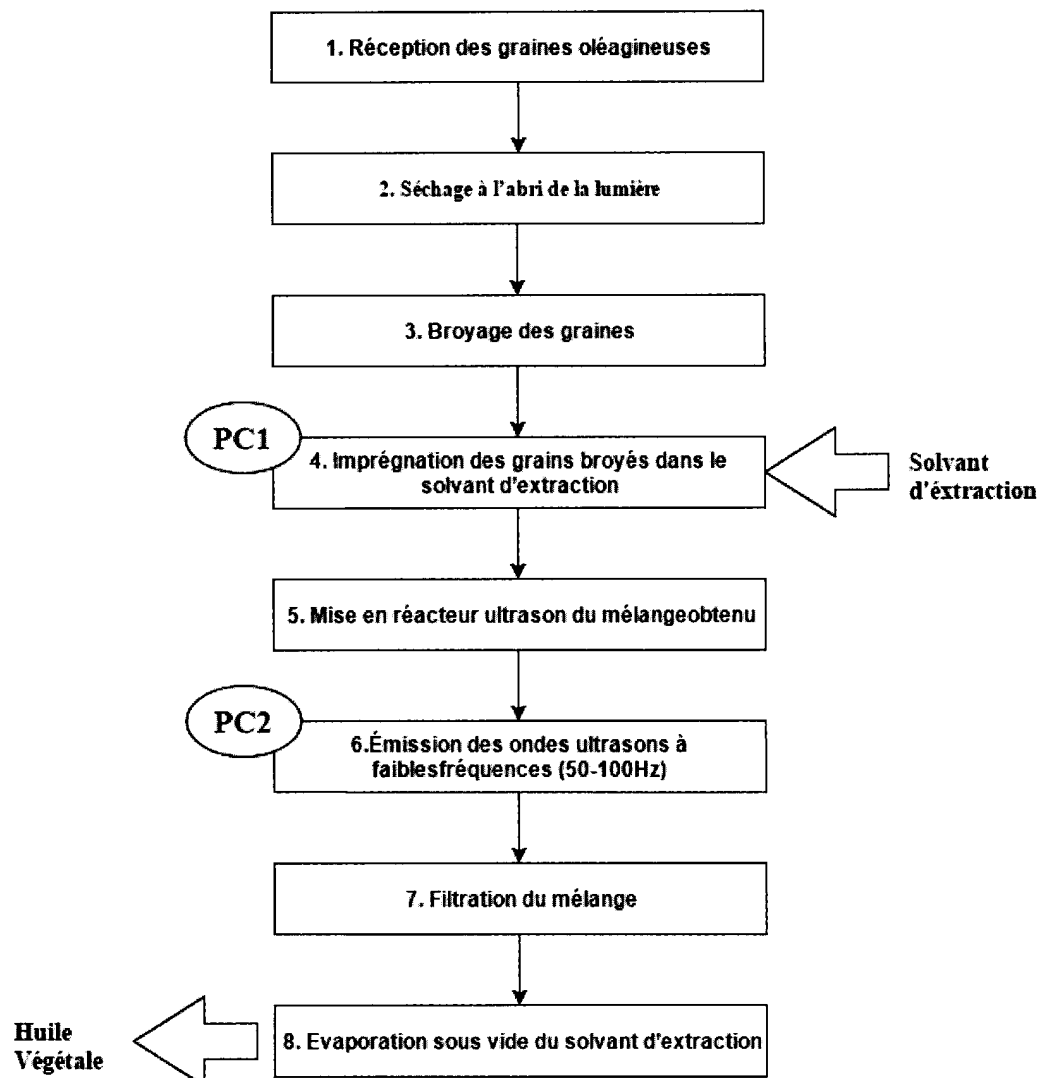


Figure 2

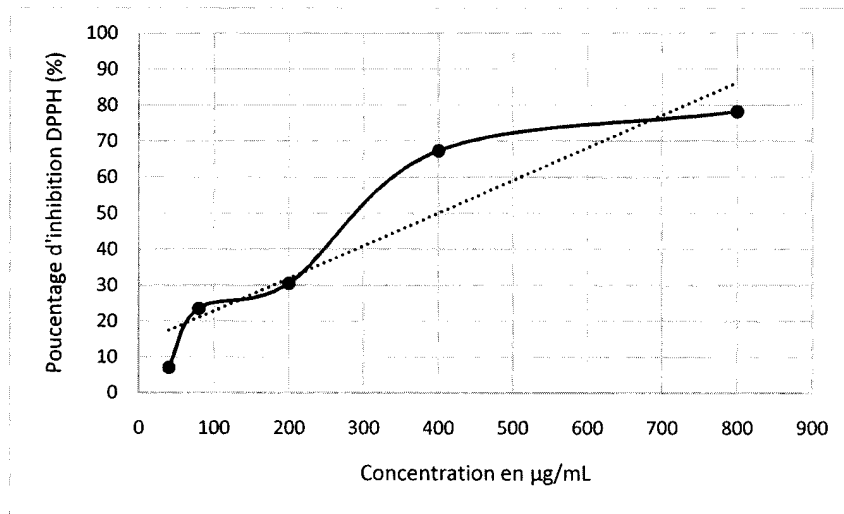


Figure 3



**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et
complétée par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 39645	Date de dépôt : 29/12/2016
Déposant : Université Mohammed V RABAT	
Intitulé de l'invention : Procédé d'extraction optimisée et valorisation des huiles végétales à partir des graines oléagineuses par ultrason à différentes fréquences.	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée	
<input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: A. BRINI	Date d'établissement du rapport : 19/06/2017
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

Partie 1 : Considérations générales

Cadre 1 : base du présent rapport

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
3 Pages
- Revendications
4
- Planches de dessin
3 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C11B1/10, B01J19/10

CPC : C11B1/106, B01J19/10

Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :

EPOQUE, Orbit

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X Y	EP0243220(B1); GUILLOT BERNARD RENE [FR] ; 01-08-1990 Document en entier	1 2-4
Y	GB2097014B; BAIKOFF EUGENE MARC. A. ; 01-08-1984 Document en entier	2-4
A	WO2012167315 A1 ; COMMW SCIENT IND RES ORG [AU]; 13-13-2012 Document en entier	1-4
A	US2006204624A1; CARGILL INC [US] ; 14-09- 2006 Document en entier	1-4

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité*Cadre 4 : Remarques de clarté*

1. Le terme « solvant » employé dans la revendication 1 est vague et imprécis, et laisse subsister un doute quant à la signification de la caractéristique technique à laquelle il se rapporte, au point que l'objet de ladite revendication n'est pas clairement défini.
2. L'intervalle « 50 à 100KHz » ne trouve aucune base dans la description de la présente demande.

Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 2-4 Revendications 1	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications aucune Revendications 1-4	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-4 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : EP0243220B1

D2 : GB2097014B

1. Nouveauté (N) :

Le document D1 divulgue un procédé d'extraction des huiles végétales à partir des graines oléagineuses comprenant les étapes suivantes :

1. Broyage mécanique des graines oléagineuses
2. Mélange des graines broyées avec un solvant dans un réacteur fermé
3. Soumettre le mélange de l'étape 3) à des ondes ultrasons à faibles fréquences
4. Séparation de solvant et l'huile par distillation.

Selon un mode de réalisation préféré, le document D1 décrit l'utilisation de l'hexane en tant que solvant à une température de travail comprise entre 50 et 55°C. La fréquence des ondes ultrasons utilisées est comprise entre 10 à 50 kHz et la durée de traitement ultrasonique est de 20 minutes.

Le document D2 concerne un procédé d'extraction des huiles végétales à partir des graines oléagineuses en utilisant un solvant (hexane). Il est décrit dans D2 que l'hexane est préchauffé à une température inférieure à son point d'ébullition c'est-à-dire inférieur à 65°C et que la fréquence des ondes ultrasons utilisées est comprise entre 20 à 60 kHz.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 n'est pas nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 au vue de D1 et D2.

Aucun des documents susmentionnés ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques telles que décrites dans les revendications 2-4, d'où celles-ci sont nouvelles conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D1 est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 2.

L'objet de la revendication 2 diffère de D1 en ce que la température est comprise entre 25 et 45°C.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre peut être considéré comme étant la fourniture d'un procédé alternatif d'extraction des huiles végétales à partir des graines oléagineuses.

La solution proposée est évidente pour la raison suivante :

Le document D2 concerne un procédé d'extraction des huiles végétales à partir des graines oléagineuses en utilisant un solvant (hexane). Il est décrit dans D2 que l'hexane est préchauffé à une température inférieure à son point d'ébullition c'est-à-dire inférieur à 65°C, cela signifie que l'homme du métier pourrait choisir une température dans l'intervalle revendiqué dans la présente demande (entre 25 et 45°C). De plus, le choix de la gamme de température comprise entre 25 et 45°C est considéré comme étant arbitraire puisqu'il n'apporte aucun effet technique surprenant par rapport à l'art antérieur D1 et D2.

Par conséquent, l'objet de la revendication 2 n'implique pas d'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 par rapport à l'enseignement de D1 et D2.

Les revendications dépendantes 3 et 4 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elles se réfèrent, définissent un objet satisfaisant aux exigences concernant l'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.