

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 055 555

21 N° d'enregistrement national : 16 58202

51 Int Cl⁸ : B 01 D 11/04 (2017.01), B 01 J 16/00

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 02.09.16.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 09.03.18 Bulletin 18/10.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension : Polynésie-Fr

71 Demandeur(s) : VERT PROCESS — FR.

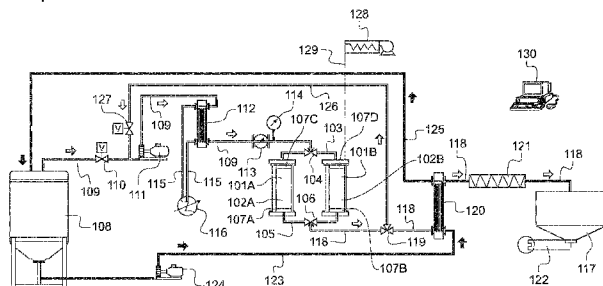
72 Inventeur(s) : BILLARD ROMEAN.

73 Titulaire(s) : VERT PROCESS.

74 Mandataire(s) : CHAILLOT GENEVIEVE.

54 PROCÉDE D'EXTRACTION DE PRODUITS VALORISABLES A PARTIR DE RESIDUS ORGANIQUES ET
DECHETS DE LA VIGNE, DE LA VINIFICATION ET DU VIEILLISSEMENT DU VIN, ET APPAREILLAGE POUR
LA MISE EN OEUVRE DE CE PROCÉDE.

57 La présente invention concerne un procédé d'extraction de produits valorisables à partir de résidus et/ou déchets organiques de la vigne, de la vinification et du vieillissement du vin, caractérisé par le fait que l'on soumet lesdits résidus et/ou déchets organiques à une extraction par de l'eau dans un état sous critique (ESC), puis que l'on récupère l'extrait obtenu.



FR 3 055 555 - A1



PROCEDE D'EXTRACTION DE PRODUITS VALORISABLES A PARTIR DE
RESIDUS ORGANIQUES ET DECHETS DE LA VIGNE, DE LA
VINIFICATION ET DU VIEILLISSEMENT DU VIN, ET APPAREILLAGE
5 POUR LA MISE EN ŒUVRE DE CE PROCEDE

La présente invention concerne un procédé
d'extraction de produits valorisables à partir de résidus
et déchets organiques de la vigne (*Vitis vinifera*), de la
10 vinification et du vieillissement du vin.

Les extraits obtenus renferment des composés
présentant une haute valeur ajoutée pour différentes
applications, notamment pour les industries cosmétique,
pharmaceutique, agro-alimentaire et oenologique.

15 La filière de la vigne et du vin produit du
raisin, des sous-produits de la viticulture : feuilles de
vignes, vrilles, rafles, sarments et souches de vigne, et
des sous-produits de la vinification qui, pour le vin
blanc, sont les rafles issues de l'opération d'éraflage,
20 les bourbes issues de l'opération de foulage et décantation
ou sédimentation, et les lies issues des opérations de
fermentation et de vieillissement, et, pour le vin rouge,
sont le marc issu de l'opération de décuvage et pressurage,
les lies issues des opérations de vieillissement, les
25 copeaux usagés et les vieilles barriques issues également
de l'opération de vinification et vieillissement.

• La rafle est la charpente d'une
inflorescence de la grappe de raisin. Elle est donc
ramifiée. La ramification la plus longue forme l'axe
30 principal de l'inflorescence. A maturité, elle représente 3
à 6 % du poids de la grappe mûre. La rafle est pauvre en
sucres mais riche en composés phénoliques. Elle peut
contenir jusqu'à 20% des composés phénoliques totaux de la

grappe alors qu'elle représente une plus faible proportion en poids. Les concentrations les plus élevées de *trans*-resvératrol sont détectées dans les rafles. Les principales molécules identifiées sont le resvératrol et ses principaux oligomères, ainsi que les catéchines.

- Le marc de raisin est obtenu après la séparation des parties solides du liquide à la suite de la première fermentation alcoolique. Une quantité non négligeable de jus (environ 6 à 13% du volume total) est contenue dans ce résidu. Le marc se compose des pellicules, des pépins et d'une infime partie de débris végétaux. Il contient ainsi tous les composés phénoliques présents dans toute la composition de la baie de raisin. Il s'agit du coproduit le plus complet en termes de substances aromatiques et flavonoïdes. Les principales molécules identifiées sont le *trans* et *cis* resvératrol, catéchines, anthocyanidines et proanthocyanidines.

- Traditionnellement, l'élevage de grands vins, depuis la fin de la vinification jusqu'à la mise en bouteille, est réalisé en fût de bois de chêne. L'utilisation du fût favorise les réactions de stabilisation de couleur, l'assouplissement des tanins en modifiant les structures des composés phénoliques et le développement des arômes, par rapport à la cuve étanche et en principe inerte vis-à-vis du vin. Enfin, le vin acquiert une complexité liée aux substances odorantes extraites du bois. La structure matricielle du bois apporte non seulement une oxygénation ménagée mais lui confère aussi une grande diversité de polarité de composés tels que les sucres, acides, stéroïdes, tanins hydroxylables, terpènes, phénols et lactones.

Certains de ces sous-produits vitivinicoles sont repris, transformés et recyclés par des distilleries.

Néanmoins ce système de recyclage seul ne permet pas de valoriser correctement l'ensemble de ces sous-produits d'intérêt issus de ces sous-produits vitivinicoles. Cette valorisation est un enjeu essentiel à l'heure actuelle et
5 vise à la récupération, à bas coût ou à moindre coût, de composés à haute valeur ajoutée.

Les techniques traditionnelles d'extraction employaient des méthodes d'infusion, de décoction ou de macération. Puis l'utilisation de solvants chimiques a
10 permis d'améliorer les rendements quantitativement et qualitativement. Cependant, ces méthodes d'extraction restent trop coûteuses du fait de l'utilisation d'énormes quantités de solvant nécessaire, solvant présentant parfois une faible sélectivité pour les composés à extraire. De
15 plus, l'utilisation de solvant pour le traitement de matières végétales est soumise à des restrictions de plus en plus fortes, en particulier depuis la mise en œuvre de la directive REACH (règlement sur l'enregistrement, l'évaluation, l'autorisation et les restrictions de
20 substances chimiques), visant à assurer un niveau élevé de protection de la santé humaine et de l'environnement, contre les risques que peuvent poser ces produits chimiques. Ces restrictions sont particulièrement importantes dans le domaine de l'industrie alimentaire,
25 pour laquelle il devient urgent de proposer des substances alternatives aux solvants organiques traditionnellement utilisés dans les procédés d'extraction ou de purification de la matière végétale.

La Société déposante a découvert que des produits
30 valorisables peuvent être obtenus par extraction par eau sous-critique, procédé respectueux de l'origine naturelle des sous-produits de la vinification, comme les rafles, le marc, les copeaux et les barriques, sans emploi de solvant,

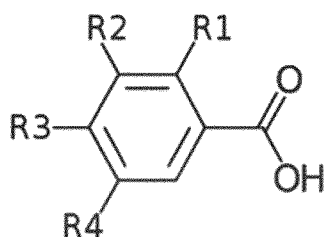
présentant une bonne sélectivité des espèces avec des temps d'extraction plus courts par rapport aux procédés d'extraction par solvants.

Les produits extraits par le procédé de l'invention sont principalement des composés phénoliques. Les phénols ont un rôle important sur les propriétés organoleptiques du vin (couleur, astringence, amertume...) et procurent des propriétés nutritionnelles et pharmacologiques intéressantes (vitaminique, bactéricide, anti-oxydante) qui peuvent permettre de protéger le consommateur de maladies cardio-vasculaires, de troubles neuronaux, de cancer, du diabète et de l'obésité, etc.

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires des plantes qui sont caractérisés par un ou plusieurs noyaux benzéniques portant un ou plusieurs hydroxyle et sont généralement présents sous forme d'ester ou d'hétéroside.

Parmi ces composés, on compte les non-flavonoïdes, tels que les acides-phénols et les stilbènes ; les flavonoïdes, tels que les anthocyanes, les flavanols, les flavonols et les flavonolols.

- Parmi les acides-phénols, sept acides benzoïques



de formule
le vin :

ont été identifiés dans

25

R1 = R2 = R3 = R4 = H : acide-p-hydroxybenzoïque

R1 = H, R2 = R3 = OH, R4 = H : acide protocatéchique

R1 = H, R2 = R3 = OCH₃, R4 = H : acide vanillique

R1 = H, R2 = R3 = R4 = OH : acide gallique

5

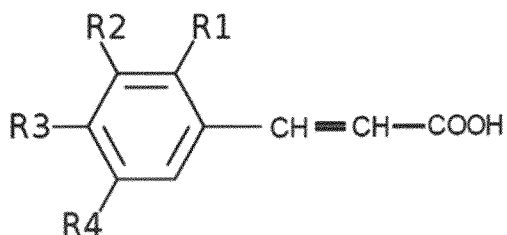
R1 = H, R2 = R3 = R4 = OCH₃ : acide syringique

R1 = OH, R2 = R3 = R4 = H : acide salicylique

R1 = OH, R2 = R3 = H, R4 = OH : acide gentisique

Les formes les plus présentes sont les acides galliques et
5 vanilliques (issus du bois, enrichi lors de l'élevage).

D'autres acides-phénols appartenant à la série
des acides cinnamiques de formule



10 sont présents dans le raisin et le vin, sous forme libre et parfois estérifiée avec l'acide tartrique ou des hétérosides :

R1 = R2 = R3 = R4 = H : acide-p-coumarique

R1 = H, R2 = R3 = OH, R4 = H : acide caféique

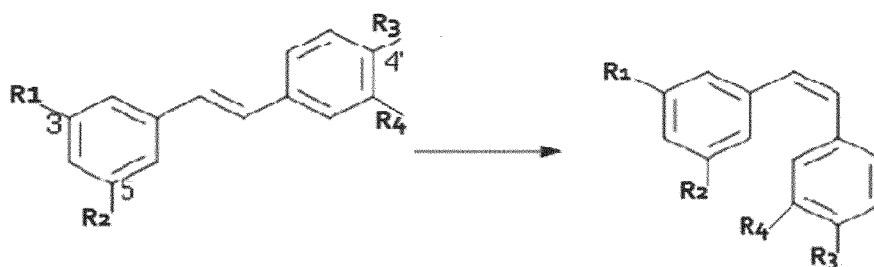
R1 = H, R2 = R3 = OCH₃, R4 = H : acide férulique

R1 = H, R2 = R3 = R4 = OCH₃ : acide sinapique

15

En milieu hydroalcoolique, les acides-phénols sont incolores, mais ils peuvent prendre une couleur jaune après oxydation (brunissement). La concentration de ces composés dans le vin rouge est de l'ordre de 100 à 200
20 mg.L⁻¹ et dans le vin blanc, elle est de 10 à 20 mg.L⁻¹. Ces composés sont principalement extraits de la pellicule du raisin sous l'action de la chaleur en vinification rouge.

- Les stilbènes de formule



(isomère

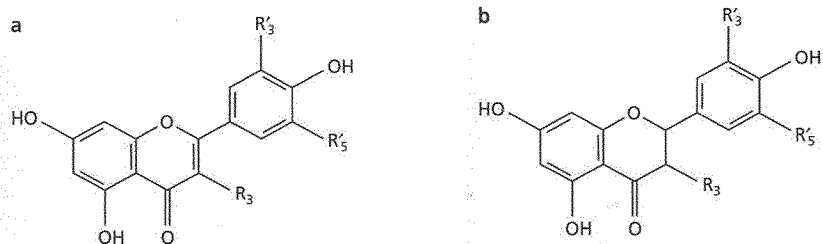
trans et cis, respectivement) sont des polyphénols dont le squelette de base est constitué de deux cycles benzéniques reliés par un pont éthylène. A partir de cette structure relativement simple, il existe une grande variété de composés, dont la nature varie en fonction du nombre et de la position des groupements hydroxyles, de la substitution par des sucres ou des résidus méthoxy, ainsi que de la configuration stérique (*trans* et *cis*) de la molécule :

- R1 = R2 = R3 = OH, R4 = H : *trans*- ou *cis*-resvératrol
- R1 = R2 = OCH₃, R3 = OH, R4 = H : ptérostilbène (*trans*)
- R1 = O-Glc, R2 = R3 = OH, R4 = H : *trans*- ou *cis*-picéide
- R1 = R2 = OH, R3 = O-Glc, R4 = H : *trans*- ou *cis*-resvéatroloside
- R1 = R2 = R3 = R4 = OH : *trans*-picéatarnol ou O-Glc=D-glucose
- R1 = O-Glc, R2 = R3 = R4 = OH : *trans*-astringine

Les isomères *trans*- et *cis*- du resvératrol et leurs glucosides, les *trans*- et *cis*- picéides, constituent les quatre stilbènes les plus classiquement présents dans le vin et la vigne.

- Les flavonoïdes sont caractérisés par le noyau phényl-2-benzo-pyrane de formule

7



ou

, c'est-à-dire

constitué de deux noyaux benzéniques reliés entre eux par un hétérocycle :

a) $R_3 = OH, R'_3 = R'_5 = H$: kaempferol

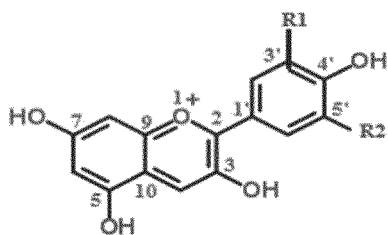
5 $R_3 = OH, R'_3 = OH, R'_5 = H$: quercétine

$R_3 = OH, R'_3 = R'_5 = OH$: myricétine

b) $R_3 = OH, R'_3 = OH, R'_5 = H$: dihydroquercétine (taxifoline)

Cette famille comprend plusieurs groupes : les plus représentés sont les anthocyanes, les flavonols et les flavanols, le plus souvent sous forme de glucoside.

• Les anthocyanes sont des dérivés poly/hydroxy de sel de benzopyrilium (flavylium) de formule



15

, qui peuvent être présents sous

différentes formes chimiques dans les tissus végétaux :

$R_1 = OH, R_2 = H$: cyanidine

$R_1 = OCH_3, R_2 = H$: paéonidine

$R_1 = R_2 = OCH_3$: malvidine

20 $R_1 = R_2 = OH$: delphinidine

$R_1 = OCH_3, R_2 = OH$: pétunidine

A pH acide, la forme prédominante est le cation flavylium (de couleur rouge en solution aqueuse), alors qu'à pH plus élevé, ce cation flavylium est converti en d'autres espèces, dont certaines sont incolores. Plus d'une quinzaine

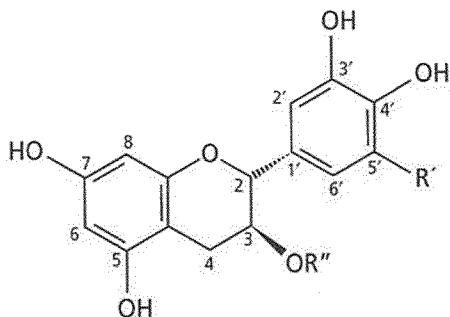
25

d'anthocyanes ont été identifiés dans les baies de raisin dont 5 anthocyanidines les plus courantes : cyanidine, delphinidine, pétunidine, paéonidine, et malvidine.

- 5 • Les anthocyanidines sont sous forme de 3-O-monoglucosides et peuvent être estérifiées par différents acides (acétique, coumarique et caféique) au niveau du C6 du glucopyranose, avec de très grandes disparités d'un cépage à un autre. Les anthocyanes se trouvent
10 principalement au niveau de la pellicule de la baie.

Dans le vin, les formes 3-O-monoglucosides sont les plus représentées (200 à 800 mg/L), avec une prédominance fréquente pour la malvidine-3-O- β -glucoside. La paéonidine-O- β -glucoside montre des écarts de
15 teneur assez marqués. Elle est prédominante dans certains cépages comme dans la pulpe des baies de certains cépages teinturiers tels que le Dunkelfelder ou le Portugais bleu. Ces molécules participent à la couleur des vins rouges, qui varie au cours du vieillissement du vin (condensation et
20 diminution des anthocyanes libres au fur à mesure des complexes, T-T (tanin-tanin) ; T-A (tanin-anthocyane) ; A-A (anthocyane-anthocyane); T-E-A (tanin-éthanol-anthocyane), formés).

- 25 • Les flavanols représentés par des monomères ((+)-catéchine et (-)-épicatéchine) de formule



(série catéchine) :

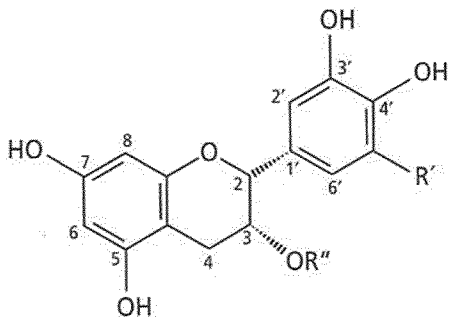
$R' = R'' = H$: (+)-catéchine (2R, 3S)

$R' = R'' = H$: (-)-catéchine (2S, 3R)

$R' = OH, R'' = H$: gallocatéchine

$R' = H, R'' =$ acide gallique: catéchine galloylée

5 ou de formule



(série épicatechine) :

$R' = R'' = H$: (+)-épicatechine (2R, 3S)

$R' = R'' = H$: (-)-épicatechine (2S, 3R)

$R' = OH, R'' = H$: épigallocatéchine

10 $R' = H, R'' =$ acide gallique: épicatechine galloylée (épicatechine-3-O-gallate), ainsi que des oligomères, communément appelés tanins catéchiques.

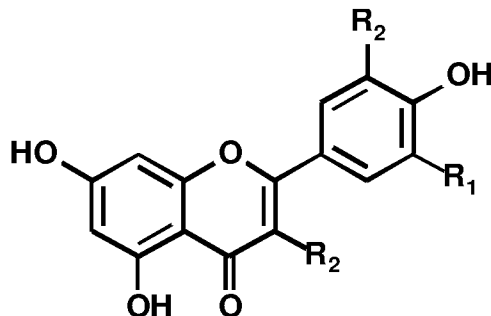
Ces molécules interviennent, pour une grande part, dans les propriétés gustatives des vins. Dans les vins rouges, 15 la catéchine est présente à des concentrations allant de 150 à 220 mg.L⁻¹, alors que dans les vins blancs la teneur est beaucoup plus faible, de l'ordre de 40 mg.L⁻¹. L'épicatechine est également présente à de plus faibles concentrations (80 mg.L⁻¹).

20 Les oligomères sont formées par la condensation d'unités flavan-3-ols reliées entre elles par des liaisons interflavaniques de type C4-C8 ou C4-C6. Parmi eux, quatre dimères ont été mis en évidence dans les vins rouges. Dans les vins, on les trouve à des concentrations moyennes de 25 270 mg.L⁻¹.

Les parties de la plante qui contiennent le plus de catéchines sont les pépins, à partir desquels elles sont

extraites durant la vinification. Les oligomères sont présentes dans la pellicule et les pépins.

- Les flavonols sont des pigments de teinte jaune



5 de formule qui sont présents dans les raisins de toutes les variétés :

R1 = H, R2 = R3 = OH : quercétine

R1 = H, R2 = OH, R3 = O-Glc : quercitrine

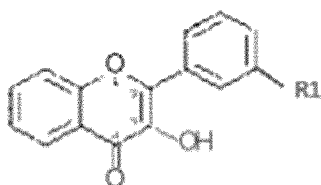
R1 = R2 = R3 = OH: myricétine

10 R1 = R2 = H, R3 = kaempférol

R1 = H, R2 = OH, R3 = O-Glc-Rha: rutine

Dans le vin, ces molécules existent généralement sous forme d'aglycone, dont les principales sont la quercétine et la myricétine, en faible quantité (4 à 16 mg.L⁻¹ et 5 à 13 mg.L⁻¹ respectivement) et le kaempférol. Dans les jus de raisin, on trouve la quercétine à des teneurs de 7 à 9 mg.L⁻¹. Quelques hétérosides de quercétine sont également présents dans le vin rouge, comme la rutine (quercétine 3-O-β-rutonoside) à des teneurs de 9 mg.L⁻¹, la quercitrine (quercétine 3-O-β-glucoside) et l'isoquercitrine (quercétine 3-O-β-rhamnoside).

- Les flavanolols (dihydroflavonols) de formule



:

R1 = H : dihydroquercétol

R1 = OH : dihydromyricétol

sont les principaux composés identifiés dans le raisin et le vin.

5 L'astilbine (dihydroquercétol-3- O-rhamnoside), déjà décrite dans les vins blancs, a été isolée du moût et des rafles de *Vitis vinifera*.

La présente invention a donc pour objet un
10 procédé d'extraction de produits valorisables à partir de résidus et/ou déchets organiques de la vigne, de la vinification et du vieillissement du vin, caractérisé par le fait que l'on soumet lesdits résidus et/ou déchets organiques à une extraction par de l'eau dans un état sous
15 critique (ESC), puis que l'on récupère l'extrait obtenu.

Les résidus et/ou déchets organiques de la vigne sont choisis parmi les feuilles de vigne, les vrilles, les rafles, les sarments et souches de vigne ; ceux de la vinification sont choisis parmi les bourbes, les copeaux,
20 le marc, les lies ; et ceux du vieillissement du vin proviennent de tonneaux, fûts et vieilles barriques.

On peut soumettre lesdits résidus et/ou déchets organiques, lorsque ceux-ci sont à l'état solide, à un broyage, notamment jusqu'à une granulométrie de 0,5 mm à 2
25 mm, de préférence de 0,5 mm à 1 mm, avant de les soumettre à l'extraction.

On peut effectuer l'extraction par l'eau à l'état sous-critique à une température comprise entre 100°C et 374°C et sous une pression comprise entre 0,1 MPa (1 bar)
30 et 19,565 MPa (195,65 bar), en particulier à une température comprise entre 120 et 150°C et sous une pression comprise entre 0,207 MPa (2,07 bar) et 0,506 MPa (5,06 bar).

La propriété de transfert de masse de qualité supérieure de l'ESC conduit à une diffusivité élevée et donc une plus grande efficacité d'extraction. La solubilité et la diffusivité de l'eau à une pression modérée est donc
5 comparable avec des solvants organiques.

On peut soumettre les résidus et/ou déchets organiques à au moins une opération d'extraction, notamment une à quatre opérations d'extraction, en faisant passer à chaque fois de l'eau dans un état liquide sous critique à
10 travers une masse de résidus et/ou déchets organiques.

On peut ainsi faire passer au moins une fois, en particulier une à quatre fois, de l'eau liquide à l'état sous-critique à travers des échantillons de résidus organiques de la vigne contenus dans un récipient ou
15 réacteur hydrothermique hydrobare, ce dernier étant rempli à 70 à 80 %, notamment à 80 % en volume interne pour tenir compte de la dilatation (taux de gonflement) des échantillons de résidus organiques lors du passage de l'eau à l'état sous-critique. La vitesse de passage peut être de
20 2 à 6 mL d'échantillon par minute, notamment de 2 à 3 mL d'échantillon par minute.

On peut récupérer un extrait aqueux que l'on refroidit en vue de sa collecte, ledit extrait pouvant être filtré avant ou après son refroidissement.

25 On peut récupérer les rafles à l'étape d'égrappage ou éraflage où elles sont séparées des baies à l'entrée du chai avant l'encuvage lors d'une vinification pour l'obtention de vin blanc, ou à l'étape d'éraflage partiel lors d'une vinification pour l'obtention de vin
30 rouge.

Dans le cas des rafles, on peut récupérer un extrait contenant des flavanols, des flavonols, des dihydroflavonols et des stilbènes, en particulier la

quercétine 3-O-glucorondine, la quercétine 3-O-rutinoside, la ϵ -Viniférine, le *trans*-resvératrol et l' α -Viniférine.

Dans le cas du marc, on peut récupérer des anthocyanes et des tanins, en particulier le peonidine-3-O-glucoside, le malvidine-3-O-glucoside, le malvidine-3-O-p-coumaroylglucoside, la catéchine, l'épicatéchine et l'acide gallique.

La présente invention porte également sur un appareillage pour la mise en œuvre du procédé ci-dessus, caractérisé par le fait qu'il comporte au moins un réacteur capable de recevoir les résidus et/ou déchets organiques à extraire, ledit ou lesdits réacteurs étant alimenté(s) en une eau qui provient d'un réservoir et que l'on fait passer à l'état sous-critique pour son entrée dans ledit ou lesdits réacteurs, un dispositif de refroidissement positionné en sortie dudit ou desdits réacteurs et une cuve de récupération de l'extrait ;
un organe de dépressurisation pouvant être disposé en sortie dudit ou desdits réacteurs ;
un dispositif de filtration pouvant être positionné en sortie dudit ou desdits réacteurs en amont du dispositif de refroidissement ou en aval de celui-ci pour la filtration dudit extrait brut obtenu en sortie dudit ou desdits réacteurs avant sa collecte dans ladite cuve de récupération ;
un conduit de recyclage pouvant ramener de l'eau à l'état sous-critique chargée d'extrait en sortie dudit ou desdits réacteurs à un point situé en amont de celui-ci ou de ceux-ci pour constituer un circuit fermé pour au moins un nouveau passage à travers les résidus et/ou déchets organiques à extraire.

Avantageusement, deux réacteurs peuvent être montés en parallèle, l'un étant en service pour

l'extraction pendant que l'autre est hors service pour l'extraction et est alors vidangé, nettoyé et à nouveau rempli, afin de conduire l'extraction de manière continue.

Une partie de l'eau du réservoir d'eau
5 d'alimentation peut former le circuit de refroidissement du dispositif de refroidissement avant son recyclage dans ledit réservoir d'eau d'alimentation.

Les avantages de ce procédé d'extraction sont,
10 qu'à la fin du procédé, on obtient des extraits 100% naturels, sans trace de solvant et étant donné la faible pression (0,1 MPa à 19,565 MPa) associée à la température permettant l'extraction en phase liquide, l'ensemble des composés, issus de matrices aussi complexes que le bois,
15 pourraient être dissous et extraits. Aussi, ce procédé permet des temps d'extraction courts, une sélectivité et un rendement élevés. De plus, les propriétés thérapeutiques du produit final extrait par extraction par eau sous-critique sont très proches de celles du produit brut. L'extraction
20 par eau sous-critique est donc actuellement le moyen le plus écologique et technologique d'obtenir des actifs végétaux de très haute qualité. L'utilisation de l'eau comme solvant d'extraction répond aux exigences d'un procédé vert éco-innovant.

25

On va maintenant décrire deux types d'appareillage pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention avec référence au dessin annexé.

Sur ce dessin, les Figures 1 et 2 représentent
30 schématiquement un appareillage d'extraction par l'eau sous-critique de résidus et déchets organiques de la vigne, de la vinification et du vieillissement du vin dans un mode par lots et dans un mode en continu.

Un appareillage pour la mise en œuvre d'un procédé d'extraction selon l'invention dans un mode par lots va maintenant être décrit avec référence à la Figure 1 du dessin annexé.

5 Cet appareillage comporte un autoclave 1 (ou cellule d'extraction) dans lequel est disposé un réacteur 2 en acier inoxydable, de forme cylindrique, destiné à contenir un lot 3 de résidus de la vigne, de la vinification ou du vieillissement du vin à soumettre à
10 l'extraction. L'autoclave 1 est traversé à sa partie supérieure par un conduit 4 qui amène de l'eau provenant d'un réservoir 5 et sur le trajet duquel sont disposés successivement une pompe 6 (pompe HPLC) et un manomètre 7.

Le conduit 4 se prolonge dans l'autoclave 1 par
15 une branche verticale 4a puis bifurque en une branche horizontale 4b pour remonter, par une branche verticale 4c, plus courte, jusqu'au fond du réacteur 2, où il délivre l'eau, laquelle est forcée vers le haut à travers le lot 3 de résidus destiné à être soumis à l'extraction.

20 L'eau circulant dans les branches 4a, 4b et 4c est chauffée par une résistance chauffante 8 pénétrant dans l'autoclave 1 et plongeant dans la branche 4a. La température de l'eau dans l'autoclave 1 est régulée par le régulateur de température 9. Une gaine 10 entoure les
25 branches 4a, 4b pour maintenir la température souhaitée à l'eau lors de son passage à travers le réacteur 2.

L'eau chauffée et sous pression remonte à travers le lot 3 pour ressortir à la partie supérieure du réacteur 2 sous la forme d'un extrait par un conduit 11 qui
30 comporte, extérieurement à l'autoclave 1, une première branche horizontale 11a, puis redescend par une partie en U 11b, puis une branche horizontale 11c et enfin par une branche verticale descendante 11d.

La région inférieure de la partie en U 11b plonge dans un bain de refroidissement 12 dans lequel se trouve un serpentín de refroidissement 13.

Sur la branche 11c est disposé un régulateur de pression 14 qui est une vanne de type robinet et, en aval de celui-ci, un manomètre 15 qui indique la pression en sortie.

L'extrémité de la branche 11d plonge dans un contenant 16 pour la récupération de l'extrait 17.

10 La mise sous pression de l'eau est donc assurée par la pompe 6 et la vanne de type robinet 14 en sortie qui est fermée de manière à atteindre la pression voulue.

L'autoclave 1 est tel qu'il permet de créer un système isolé vis-à-vis du milieu extérieur dans lequel la 15 température de consigne est maintenue par la résistance 8.

Pour faire fonctionner l'appareillage de la Figure 1, on effectue les étapes successives suivantes :

- on allume le thermorégulateur 9 et règle la température souhaitée ;
- 20 - on ferme la vanne de régulation de pression 14 ;
- quand la température mesurée a atteint la température de consigne, on met en marche la pompe 6 et on la règle au débit souhaité ; on bascule l'affichage de la pompe 6 sur « P total »
- 25 - pour suivre la pression à l'entrée du réacteur 2 ;
- quand la pression est à 20 bar au manomètre, on règle la pression désirée en ouvrant doucement la vanne de régulation de pression 14 ;
- 30 - on récolte l'extrait lorsque l'air du système est totalement évacué ;
- on maintient la pression à la valeur souhaitée à l'aide de la vanne de régulation 14.

Pour arrêter et nettoyer le système, on procède comme suit :

- 5 - une fois l'extrait récolté, on place un récipient à déchets à la place du récipient de collecte 16 et on ouvre la vanne de régulation 14. On éteint le thermorégulateur 9, l'autoclave 1 (on bascule l'interrupteur sur « avec minuterie ») et on arrête la pompe 6 ;
- 10 - on ouvre la vanne de purge de la pompe 6 et on la referme une fois toute la pression évacuée ;
- on sort le réacteur 2, le port de gants antichaleur obligatoire sous risque de brûlure. On met en place un câble de lavage ;
- 15 - on lave le système avec 200 mL d'EtOH à 70% à raison de 5 mL/min. S'il s'agit de la dernière extraction, on laisse le système sous EtOH à 70%. Sinon, on rince le système avec 200 mL d'H₂O à raison de 5 mL/min ;
- 20 - on arrête la pompe et on l'éteint. On vide et on lave le réacteur 2, puis on le rince à l'EtOH.

Si l'on se réfère à la Figure 2 du dessin annexé, on peut voir que l'on a représenté un appareillage permettant de réaliser l'extraction selon l'invention de façon continue.

Cet appareillage comporte deux réacteurs identiques 101A, 101B, qui sont destinés à être tour à tour en service.

30 Ces réacteurs 101A, 101B sont de forme cylindrique, en acier inoxydable, thermiquement isolés, et contiennent chacun un panier 102A, 102B destiné à recevoir la matière végétale à soumettre à l'extraction.

Les réacteurs 101A et 101B sont réunis, à leur partie supérieure, par un conduit 103 sur le trajet duquel se trouve une électrovanne à trois voies 104, et, à leur partie inférieure, par un conduit 105 sur le trajet duquel se trouve une électrovanne à trois voies 106.

Au-dessus de la plaque de fermeture inférieure de chaque réacteur 101A, 101B, est disposé un disque fritté ou une membrane frittée, respectivement 107A, 107B, qui laisse passer l'eau et le soluté qu'il contient en retenant la matière végétale.

Au-dessous de la plaque de fermeture supérieure de chaque réacteur 101A, 101B, est disposé un disque fritté ou une membrane frittée respectivement 107C, 107D laissant passer l'eau entrant dans le réacteur respectivement 101A, 101B.

De l'eau de pluie, de forage ou potable contenue dans un réservoir 108 est amenée à l'électrovanne 104 pour être amenée tour à tour à la partie supérieure de chacun des réacteurs 101A, 101B par un conduit 109 sur le trajet duquel sont disposés successivement :

- une électrovanne d'alimentation 110 ;
- une pompe centrifuge 111 ;
- un échangeur à plaques de chauffage 112, lequel est destiné à chauffer l'eau arrivant à chacun des réacteurs 101A, 101B ;
- un transmetteur de débit 113, lequel mesure et transmet le débit à la régulation et permet d'identifier la perte de charge limite ;
- un manomètre transmetteur 114, lequel mesure et transmet la pression du circuit à la régulation.

On a représenté en 115 le circuit d'huile sur lequel se trouve un réchauffeur 116, qui chauffe en circuit fermé l'huile à une température élevée, par exemple de

200°C, pour transmettre la chaleur à l'eau contenue dans le conduit 109.

L'eau chargée des matières extraites dans chacun des réacteurs 101A, 101B est adressée, à partir de
5 l'électrovanne 106, à une cuve de collecte refroidie 117 par un conduit 118, sur le trajet duquel se trouvent successivement :

- 10 - une électrovanne 119 de vidange et de dépressurisation, laquelle est ouverte quand l'électrovanne 104 est fermée ;
- un échangeur à plaques refroidisseur 120 ; et
- un filtre membranaire 121 permettant de concentrer la matière extraite.

Dans la cuve de collecte refroidie 117, l'extrait
15 peut être conservé par exemple à une température de +4°C. Sur la Figure 2, on a désigné le groupe de refroidissement par le chiffre de référence 122.

L'échangeur 120 reçoit l'eau de refroidissement en provenance du réservoir 108 par le conduit 123 sur le
20 trajet duquel est disposée une pompe de circulation 124.

L'eau de refroidissement qui s'est réchauffée dans l'échangeur 120 est recyclée par le conduit 125 dans le réservoir 108.

Une partie de l'eau renfermant les substances
25 extraites peut être recyclée à partir de l'électrovanne 119, par le conduit 126, dans le conduit 109 entre l'électrovanne d'alimentation 110 et la pompe 111. Sur ce conduit 126, se trouve une électrovanne 127 qui est ouverte quand l'électrovanne 110 est fermée, permettant une
30 circulation en boucle de l'eau pour l'extraction.

Sur la Figure 2, on a également représenté une pompe à vis sans fin 128 qui achemine la matière végétale, par le conduit 129, dans le réacteur 101B, sachant qu'elle

acheminera ladite matière végétale à son tour au réacteur 101A.

On a également fait figurer en 130 l'ordinateur de contrôle et de pilotage de l'appareillage.

5 Le fonctionnement de l'appareillage représenté sur la Figure 2 est le suivant :

Le réacteur 101A est rempli par la matière à extraire ou matrice à une partie de son volume interne (par exemple à 80 % de son volume interne) pour tenir compte du
10 gonflement de cette matière par l'eau d'extraction.

On amène au réacteur 101A ainsi rempli de l'eau en provenance du réservoir 108, l'eau étant mise sous pression par la pompe 111 et étant chauffée dans l'échangeur à plaques 112. La pression et la température
15 sont choisies pour que l'eau se trouve dans un état sous-critique, lequel est un état « induit » où l'eau oscille en permanence entre un état gazeux et un état liquide. L'eau se comporte alors comme un solvant organique car sa constante diélectrique s'abaisse de 78,5 à à peu près 27.
20 On constate alors une diminution de la tension de surface, une facilité à pénétrer dans le cœur des matrices à extraire, une plus grande sélectivité et un haut rendement des solutés et concentrés (par exemple riches en polyphénols) extraits de la matrice en un temps
25 d'extraction relativement court.

L'eau à l'état sous-critique arrive dans le réacteur 101A par la partie supérieure de celui-ci, le réacteur 101A délimitant un milieu d'extraction hermétiquement fermé grâce aux disques frittés ou membranes
30 frittées 107A, 107C. Comme indiqué ci-dessus, le disque fritté supérieur 107C permet l'arrivée de l'eau à l'état sous-critique et le disque fritté inférieur 107A permet la diffusion et l'écoulement de l'eau et des solutés extraits

par percolation, c'est-à-dire par le passage de l'eau à l'état sous-critique à travers la matrice qui devient davantage perméable.

L'eau et les solutés extraits sont adressés à la cuve de collecte 117 par le conduit 118 après dépressurisation par l'électrovanne 119, refroidissement en 120 et filtration à travers le filtre membranaire 121.

Cependant, on peut faire passer plusieurs fois à travers la matrice contenue dans le réacteur 101A l'eau avec ses extraits qui sort du réacteur 101A en fermant l'électrovanne 119 de façon à réinjecter l'eau sortante dans le conduit 109, l'électrovanne 110 étant fermée et l'électrovanne 127 étant ouverte. On obtient alors en sortie une eau plus concentrée en les extraits recherchés que l'on récupère comme précédemment en réouvrant l'électrovanne 119.

Lorsque la matrice contenue dans le réacteur 101A est épuisée, on agit sur les électrovannes à trois voies 104 et 118 pour couper l'alimentation du réacteur 101A et isoler celui-ci et pour mettre en service le réacteur 101B qui fonctionne alors pour l'extraction de la même manière que le réacteur 101A.

Pendant ce temps, le réacteur 101A est vidangé, désinfecté et re-rempli de matrice fraîche pour être prêt à être mis en service quand la matrice en cours d'extraction contenue dans le réacteur 101B sera épuisée.

Exemples

Les exemples suivants illustrent la présente invention sans toutefois en limiter la portée.

A - Mode opératoire général du procédé en mode par lots (cf Figure 1)

A1 - Préparation des échantillons

Les échantillons de bois fragmentés ont été réduits en taille selon la granulométrie à l'aide d'un appareil électroménager, soit un mixeur traditionnel de cuisine et un tamis.

Les échantillons de rafles et de bois (copeaux ou barriques) sont rassemblés en trois lots homogènes, nommés G1, G2 et G3 respectivement en fonction de la granulométrie des particules des échantillons :

$G1 \geq 2 \text{ mm}$

$2 \text{ mm} < G2 < 1 \text{ mm}$

$G3 \leq 1 \text{ mm}$

15 A2 - Extraction sous-critique

7 g d'échantillon ont été placés dans la cuve 2. Cette dernière a été ensuite installée dans l'enceinte 1 d'extraction. Puis la température T d'extraction a été déterminée. Le régulateur de pression 14 en sortie de l'enceinte 1 était systématiquement fermé avant la mise sous pression avec une vitesse d'écoulement constante. La vitesse d'écoulement de l'eau a été ajustée à 2 mL/min. Les températures T d'extraction testées étaient de 100°C, 125°C, 150°C, 175°C, 200°C et 250°C et ont été comparées aux extractions à 60°C et 80°C. La pression constante a été fixée à 5 MPa (50 bars). La solution refroidie a été recueillie dans le contenant 16 et a ensuite été conservée à +4°C pour la suite du procédé.

Pour chaque lot d'échantillon traité, 200 mL d'extrait au total ont été recueillis dans une boucle de 4 cycles d'extraction. Le premier cycle correspond à la première fraction de 50 mL obtenue, le deuxième à la deuxième fraction, le troisième à la troisième fraction, et

enfin le quatrième et dernier cycle d'extraction à la dernière fraction de 50 mL. Chaque cycle a duré 25 minutes d'extraction et la quantité recueillie pour chacun était de 50 mL.

5 A3 -Résultats et analyses

Afin d'observer les différences de concentrations en composés phénoliques et de déterminer quelles conditions ont favorisé le meilleur enrichissement polyphénolique, l'analyse de l'Indice de Polyphénols Totaux (IPT) a été effectuée sur chacun des échantillons. L'IPT permet d'avoir une idée générale sur la teneur de composés phénoliques présents dans les extraits.

L'extrait est dilué 100 fois et la densité optique est mesurée à 280 nm par rapport à l'eau distillée sous 1 cm de parcours optique dans une cuve perméable aux UV (quartz). Le résultat est exprimé par un indice avec $I = DO \times \text{dilution}$.

Les mesures d'IPT ont été réalisées avec un spectrophotomètre PerkinElmer Lambda 25.

20 Dans les exemples 1 à 3, les échantillons sont nommés x.1, x.2, x.3 et x.4 selon le nombre de cycles d'extraction réalisés.

25 Exemple 1 - Extraction à partir d'échantillons de rafles (procédé d'extraction sous-critique)

Pour les extraits de rafles par ESC, le pH se situe en règle générale au-dessus de 5 et démontre la présence des composés chimiques tels que les polyphénols, les stilbènes aromatiques, les anthocyanes et les tanins condensés.

Dans le Tableau 1, on a fait figurer les conditions du procédé, l'IPT et les produits extraits grâce au procédé.

5 Tableau 1 - Récapitulatif de l'IPT et des produits extraits à partir d'échantillons de rafles en fonction des conditions de température, de pression et de granulométrie

Echantillon	Température (°C)	P (bar)	Granulométrie	pH	IPT	Produits extraits
1.1	175	50	1	5,15	192,5	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
1.2				4,52	94,9	
1.3				3,89	34,0	
1.4				3,79	21,2	
2.1	150	50	2	5,20	170,1	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
2.2				4,93	83,2	
2.3				4,32	35,4	
2.4				3,89	17,85	
3.1	125	50	2	5,20	252,8	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
3.2				4,93	62,6	
3.3				4,32	28,35	
3.4				3,89	18,4	
4.1	125	50	1	5,15	60,1	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
4.2.				4,94	50,65	
4.3				4,57	25,2	
4.4				4,26	40,0	
5.1	175	50	Extrait brut	5,23	101,5	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
5.2				5,14	91,4	
5.3				4,93	48,6	
5.4				4,65	23,6	
6.1	125	50	Extrait brut	5,12	60,4	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines

6.2				4,77	61,7	
6.3				4,13	45,45	
6.4				4,65	28,7	
7.1	150	50	Extrait brut	5,13	170,4	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
7.2				5,14	92,4	
7.3				4,82	26,6	
7.4				4,47	48,85	
8.1	210	50		4,87	293,2	Déstructuration de la matrice et oxydation des composés
8.2				4,27	173,7	
8.3				3,81	65,25	
8.4				3,78	29,65	
9.1	100			5,29	84,6	Concentration trop faible pour déterminer
9.2				5,06	72,2	
9.3				4,75	49,6	
9.4				4,46	25,0	
10.1	80	50		5,20	96,9	Concentration trop faible pour déterminer
10.2				5,08	91,2	
10.3				4,75	53,8	
10.4				4,45	28,4	
11.1	60	50		5,65	146,5	Concentration trop faible pour déterminer
11.2				4,96	89,2	
11.3				4,82	39,1	
11.4				4,74	19,7	
12.1	150	50	2	4,76	286,6	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
12.2				4,40	121,0	
12.3				4,10	67,2	
12.4				4,02	48,6	
13.1	225	50	2	4,41	379,8	Déstructuration de la matrice et oxydation des composés
13.2				4,02	186,9	
14.1	175	50	1		93,5	Début déstructuration car granulométrie est petite

14.2					79,4	
14.3					43,3	
14.4					29,5	
15.1	175	50	Extrait brut		82,8	aa* ttp** vitamine E stilbènes et catéchines
15.2					20,1	
15.3					52,8	
15.4					29,6	

* Acide aminé ; ** Tryptophane

Les principales molécules identifiées appartiennent à la famille des flavanols, flavonols, dihydroflavonols et des stilbènes. La matrice des rafles a la singularité de contenir des métabolites stilbéniques et des dihydroflavonols. Ce sont des flavonoïdes de type flavonols, dérivés de la myricétine et de la quercétine, qui sont de puissants antioxydants. Les principales molécules observées obtenues sont : Quercétine 3-O-glucorondine, Quercétine 3-O-rutinoside (rutine), ϵ -Viniférine, *trans*-resvératrol et α -Viniférine.

Exemple 2 - Extraction à partir d'échantillons de marc (procédé d'extraction sous-critique)

On a procédé comme à l'Exemple 1 excepté que l'extraction est effectuée à partir d'échantillons de marc et qu'il n'y a pas eu d'étape de broyage.

20

Dans le Tableau 2, on a fait figurer les conditions du procédé, l'IPT et les produits extraits grâce au procédé.

Tableau 2 - Récapitulatif de l'IPT et des produits extraits à partir d'échantillons de marc en fonction des conditions de température et de pression

Echantillon	Température (°C)	P (bar)	IPT	Produits extraits
1.1	125	50	90,2	Anthocyanes et tanins
1.2			85,9	
1.3			79,0	
1.4			62,2	
2.1	150	50	110,1	Anthocyanes et tanins
2.2			107,2	
2.3			71,4	
2.4			59,85	
3.1	175	50	220,8	Anthocyanes et tanins
3.2			211,6	
3.3			197,35	
3.4			167,4	
4.1	200	50	150,1	Anthocyanes et tanins
4.2.			139,65	
4.3			125,2	
4.4			98,0	

5 Parmi les composés extraits à partir d'échantillons de marc, on a identifié des anthocyanes (peonidine-3-O-glucoside, malvidine-3-O-glucoside, malvidine-3-O-p-coumaroyleglucoside) et tanins (catéchine, épicatechine, acide gallique).

10

Exemple 3 - Extraction à partir d'échantillons de copeaux (procédé d'extraction sous-critique)

On a procédé comme à l'Exemple 1 excepté que l'extraction est effectuée à partir d'échantillons de
15 copeaux.

Dans le Tableau 3, on a fait figurer les conditions du procédé et l'IPT.

Pour les extraits de copeaux (et de barriques) par ESC le pH initial se situe autour de 3.

Tableau 3 - Récapitulatif de l'IPT détecté à partir d'échantillons de copeaux en fonction des conditions de température, de pression et de granulométrie

Echantillon	Température (°C)	P (bar)	Granulométrie	pH	IPT
1.1	175	50	2	4,12	162
1.2				3,21	82,9
1.3				2,76	53,7
1.4				2,73	33,1
2.1	200	50	2	3,73	213,4
2.2				2,97	119,5
2.3				2,95	80,5
2.4				3,04	62,9
3.1	150	50	2	4,07	173,3
3.2				3,42	59,2
3.3				3,42	59,9
3.4				3,04	40,1
4.1	125	50	2	4,05	165,9
4.2				4,02	90
4.3				3,39	53,8
4.4				2,90	38,2
5.1	200	50	1	3,68	239,6
5.2				2,89	268,6
5.3				2,89	95,6
5.4				2,74	87
6.1	175	50	1	3,82	268,6
6.2				3,02	268,6
6.3				2,76	90,3
6.4				3,06	74,7

B - Mode opératoire général du procédé en mode continu (cf Figure 2)

10

B1 - Préparation des échantillons

Les copeaux, rafles, sarments, vieilles barriques, sont fragmentés et réduits en taille selon la granulométrie à l'aide d'un broyeur à couteau. Les solides tels que rafles ou copeaux peuvent être séchés à l'air chaud avant le broyage.

Les résidus humides (marc, lies, bourbes) sont préconcentrés selon leur taux d'humidité variable selon

cépage, millésime, pratique œnologique, etc. avant l'extraction.

B2 - Extraction sous-critique

5 Lors de chaque extraction, la matière première doit être soigneusement pesée avant de remplir le réacteur. Puis la température prédéterminée d'extraction doit être réglée. La vanne de sortie de la cellule d'extraction est systématiquement fermée avant la mise sous pression avec
10 une vitesse d'écoulement constante. La vitesse d'écoulement de l'eau a été ajustée à 0,19 L/min. La température d'extraction préconisée est de 150°C. La pression constante est de 0,506 MPa. La solution doit être recueillie après refroidissement et être conservée à +4°C pour les analyses
15 ultérieures.

Paramètres opératoires :

Volume à extraire : 35 L
20 Densité apparente de la matière première : 0,27
Taux de solvant : 7,14
Quantité de matière : 9,45 kg
Besoin en eau : 67,473 L
Q=0,19 L/min ou 11,24 L/heure
25 T° d'extraction : 150°C pour 0,506 MPa

REVENDICATIONS

1 - Procédé d'extraction de produits valorisables à partir de résidus et/ou déchets organiques de la vigne, de la vinification et du vieillissement du vin, caractérisé par le fait que l'on soumet lesdits résidus et/ou déchets organiques à une extraction par de l'eau dans un état sous critique (ESC), puis que l'on récupère l'extrait obtenu.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que les résidus et/ou déchets organiques de la vigne sont choisis parmi les feuilles de vigne, les vrilles, les rafles, les sarments et souches de vigne ; ceux de la vinification sont choisis parmi les bourbes, les copeaux, le marc, les lies ; et ceux du vieillissement du vin proviennent de tonneaux, fûts et vieilles barriques.

3 - Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que l'on soumet lesdits résidus et/ou déchets organiques, lorsque ceux-ci sont à l'état solide, à un broyage, notamment jusqu'à une granulométrie de 0,5 mm à 2 mm, de préférence de 0,5 mm à 1 mm, avant de les soumettre à l'extraction.

4 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que l'on effectue l'extraction par l'eau à l'état sous-critique à une température comprise entre 100°C et 374°C et sous une pression comprise entre 0,1 MPa et 19,565 MPa, en particulier à une température comprise entre 120 et 150°C et sous une pression comprise entre 0,207 MPa et 0,506 MPa.

5 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que l'on soumet les résidus et/ou déchets organiques à au moins une opération d'extraction, notamment une à quatre opérations d'extraction, en faisant
5 passer à chaque fois de l'eau dans un état liquide sous critique à travers une masse de résidus et/ou déchets organiques.

6 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 5,
10 caractérisé par le fait que l'on récupère un extrait aqueux que l'on refroidit en vue de sa collecte, ledit extrait pouvant être filtré avant ou après son refroidissement.

7 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 6,
15 caractérisé par le fait que, dans le cas des rafles, on récupère un extrait contenant des flavanols, des flavonols, des dihydroflavonols et des stilbènes, en particulier la quercétine 3-O-glucorondine, la quercétine 3-O-rutinoside, la ϵ -Viniférine, le *trans*-resvératrol et l' α -Viniférine,
20 et, dans le cas du marc, on récupère des anthocyanes et des tanins, en particulier le peonidine-3-O-glucoside, le malvidine-3-O-glucoside, le malvidine-3-O-p-coumaroylglucoside, la catéchine, l'épicatéchine et l'acide gallique.

25

8 - Appareillage pour la mise en œuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé par le fait qu'il comporte au moins un réacteur (101A ; 101B) capable de recevoir les résidus et/ou déchets organiques à
30 extraire, ledit ou lesdits réacteurs (101A ; 101B) étant alimenté(s) en une eau qui provient d'un réservoir (108) et que l'on fait passer à l'état sous-critique pour son entrée dans ledit ou lesdits réacteurs (101A ; 101B), un

dispositif de refroidissement (120) positionné en sortie dudit ou desdits réacteurs (101A ; 101B) et une cuve de récupération (117) de l'extrait ;
un organe de dépressurisation (119) pouvant être disposé en
5 sortie dudit ou desdits réacteurs (101A ; 101B) ;
un dispositif de filtration (121) pouvant être positionné en sortie dudit ou desdits réacteurs (101A ; 101B) en amont du dispositif de refroidissement (120) ou en aval de celui-ci pour la filtration dudit extrait brut obtenu en sortie
10 dudit ou desdits réacteurs (101A ; 101B) avant sa collecte dans ladite cuve de récupération (117) ;
un conduit de recyclage (126) pouvant ramener de l'eau à l'état sous-critique chargée d'extrait en sortie dudit ou desdits réacteurs (101A ; 101B) à un point situé en amont
15 de celui-ci ou de ceux-ci pour constituer un circuit fermé pour au moins un nouveau passage à travers les résidus et/ou déchets organiques à extraire.

9 - Appareillage selon la revendication 8,
20 caractérisé par le fait que deux réacteurs (101A ; 101B) sont montés en parallèle, l'un étant en service pour l'extraction pendant que l'autre est hors service pour l'extraction et est alors vidangé, nettoyé et à nouveau rempli, afin de conduire l'extraction de manière continue.
25

10 - Appareillage selon l'une des revendications 8 et 9, caractérisé par le fait qu'une partie de l'eau du réservoir d'eau d'alimentation (108) forme le circuit de refroidissement du dispositif de refroidissement (120)
30 avant son recyclage dans ledit réservoir d'eau d'alimentation (108).

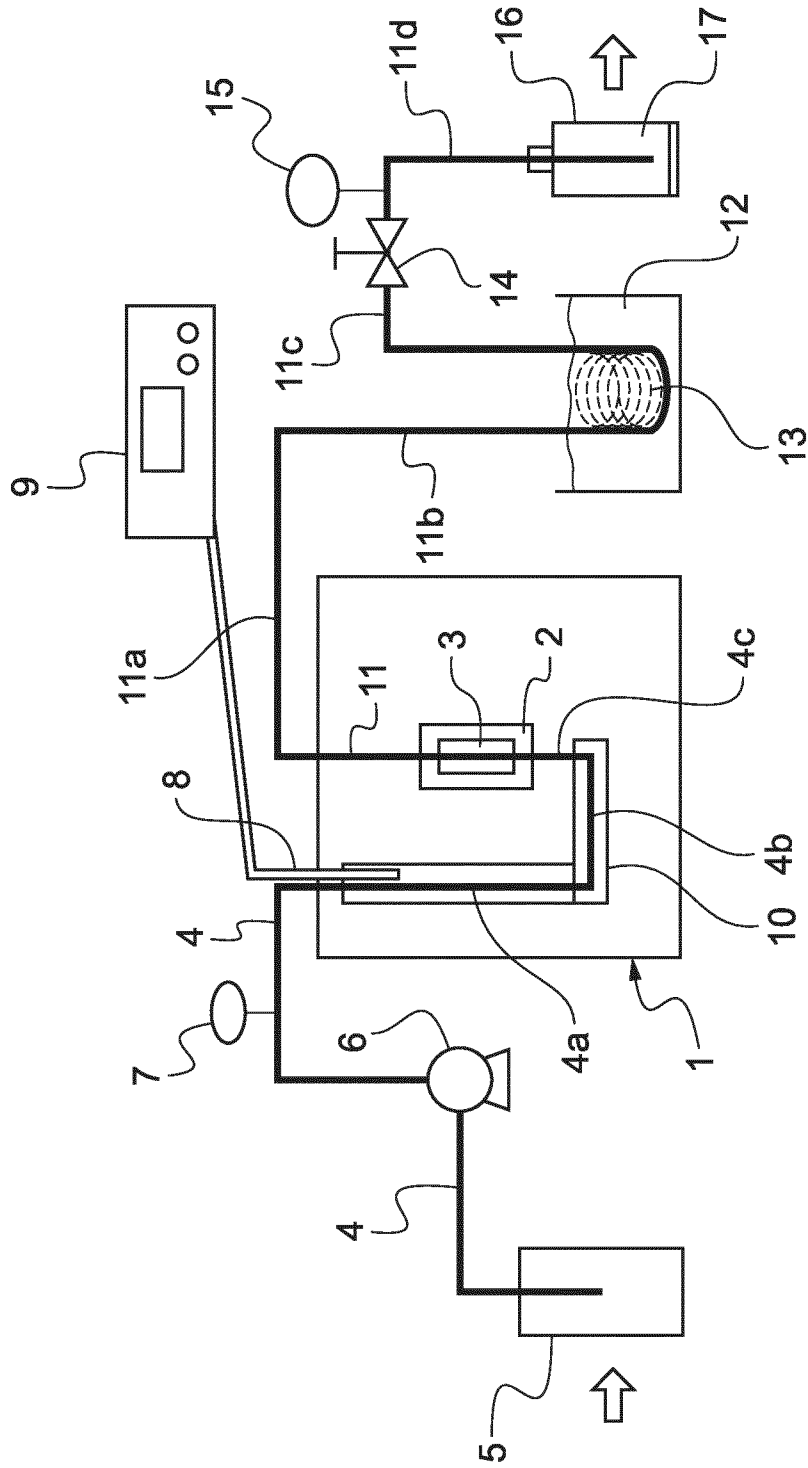


Fig.1

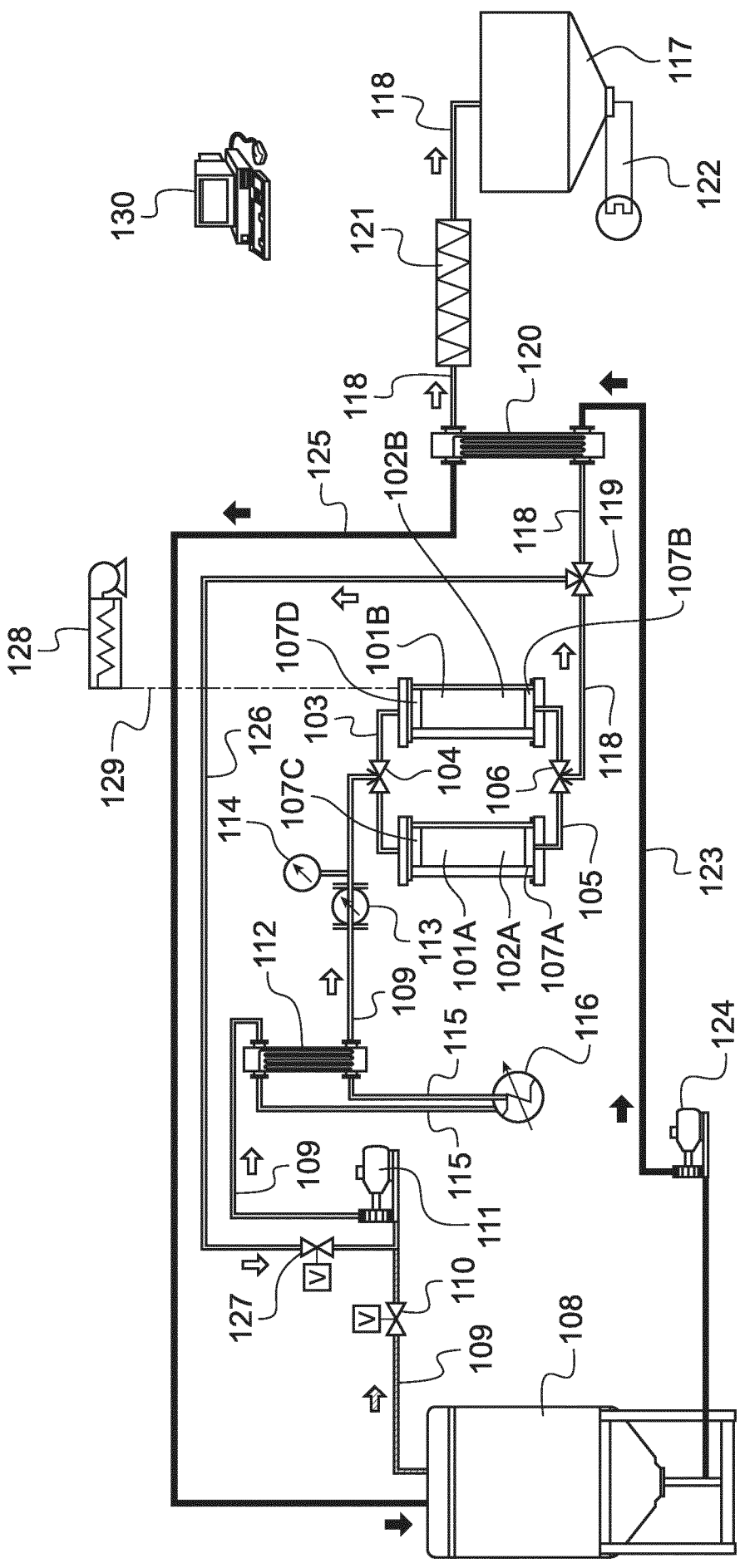


Fig.2

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 828908
FR 1658202

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	EP 2 881 155 A1 (MAZZA INNOVATION LTD [CA]) 10 juin 2015 (2015-06-10) * alinéas [0027] - [0032]; revendication 1; figure 8 * * alinéas [0070] - [0079] * * alinéa [0036] * -----	1-10	B01D11/04 B01J16/00
X	US 2007/014912 A1 (MAZZA GIUSEPPE [CA] ET AL) 18 janvier 2007 (2007-01-18) * alinéa [0045]; revendications 1,36,19-20; figures 1-3,28; exemple 7 * -----	1,4-7	
A	FR 2 795 965 A1 (ACTICHEM [FR]) 12 janvier 2001 (2001-01-12) * exemple 2 * -----	3	
A	AU 517 828 B2 (NEW ZEALAND FOREST PROD) 27 août 1981 (1981-08-27) * revendications 1-33; figure 1 * -----	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B01D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
2 mai 2017		García Alonso, Nuria	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1658202 FA 828908**

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

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **02-05-2017**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 2881155	A1	10-06-2015	AU 2014203591 A1	02-07-2015
			BR 102014030554 A2	24-05-2016
			CA 2836200 A1	28-02-2014
			CL 2014003319 A1	28-03-2016
			CN 104689598 A	10-06-2015
			EP 2881155 A1	10-06-2015
			IL 233287 A	31-12-2014
			JP 2015112598 A	22-06-2015
			JP 2016185542 A	27-10-2016
			KR 20150067050 A	17-06-2015
			NZ 626500 A	24-12-2015
			SG 10201408135P A	30-07-2015
			TW 201524571 A	01-07-2015
			US 2015157958 A1	11-06-2015

US 2007014912	A1	18-01-2007	CA 2546138 A1	13-11-2006
			US 2007014912 A1	18-01-2007

FR 2795965	A1	12-01-2001	AU 6295900 A	30-01-2001
			FR 2795965 A1	12-01-2001
			WO 0103713 A1	18-01-2001

AU 517828	B2	27-08-1981	AUCUN	
