

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication : **3 134 817**

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **22 03644**

⑤1 Int Cl⁸ : **C 11 B 9/02** (2022.01), **B 01 D 11/02**, **A 61 K 8/979**,
C 07 C 9/14, **A 61 Q 13/00**

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

⑫2 **Date de dépôt** : 20.04.22.

③0 **Priorité** :

④3 **Date de mise à la disposition du public de la demande** : 27.10.23 Bulletin 23/43.

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 :

⑦1 **Demandeur(s)** : L'OREAL SA — FR.

⑦2 **Inventeur(s)** : DU ROIZEL Géraldine et DAVID Hervé.

⑦3 **Titulaire(s)** : L'OREAL SA.

⑦4 **Marque(s)** : **CONCRETE ET ABSOLUE DE PARFUM OBTENUES PAR EXTRACTION DE SOLVANT ALCANE A PARTIR DE MATIERES NATURELLES SOLIDES.**

⑤7 **Titre** : CONCRETE ET ABSOLUE DE PARFUM OBTENUES PAR EXTRACTION DE SOLVANT ALCANE A PARTIR DE MATIERES NATURELLES SOLIDES

La présente invention se rapporte à un procédé de préparation de concrète et/ou d'absolue de parfum mettant en œuvre

la mise en contact de matière(s) naturelle(s) solide(s), fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s), particulière(s), par un premier système de solvants comprenant au moins un solvant « vert » alcane comportant au moins 8 atomes de carbone. L'invention a également pour objet la concrète et l'absolue de parfum obtenue par le procédé de préparation, une composition comprenant la concrète et/ou l'absolue, et l'utilisation du solvant « vert » alcane pour extraire la concrète et/ou absolue sans déplorer d'odeur chimique type odeur de solvant.

FR 3 134 817 - A1



Description

Titre de l'invention : CONCRETE ET ABSOLUE DE PARFUM OBTENUES PAR EXTRACTION DE SOLVANT ALCANE A PARTIR DE MATIERES NATURELLES SOLIDES

- [0001] La présente invention se rapporte à un procédé de préparation de concrète et/ou d'absolue de parfum mettant en œuvre la mise en contact de matière(s) naturelle(s) solide(s), fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s), particulière(s), par un premier système de solvants comprenant au moins un solvant alcane ayant au moins 8 atomes de carbone de préférence « vert ». L'invention a également pour objet la concrète et l'absolue de parfum obtenue par le procédé de préparation, une composition comprenant la concrète et/ou l'absolue, et l'utilisation d'au moins un solvant alcane ayant au moins 8 atomes de carbone de préférence « vert » pour extraire la concrète et/ou absolue sans déplorer d'odeur chimique type odeur de solvant.
- [0002] L'industrie de la cosmétique et en particulier de la parfumerie compte de nombreux procédés d'extraction de molécules odorantes tels que l'enfleurage, l'hydrodistillation, l'expression, l'atomisation, l'extraction au CO₂ supercritique etc. Parmi eux, l'extraction par solvants volatils non polaires tels que le n-hexane représente pour certaines matières premières naturelles une bonne technique d'extraction de molécules odorantes, notamment grâce à un bon pouvoir de solubilisation, une température d'ébullition moins élevée que l'eau, et une distillation sous vide aisée. Cette technique est privilégiée pour la production à grande échelle d'absolues, utilisées comme matières premières en parfumerie, notamment dans les cas où l'hydrodistillation ne pourrait pas être appliquée en raison de la température d'ébullition élevée de l'eau qui altérerait les matières premières naturelles notamment végétales. Par ce procédé, les matières naturelles notamment végétales sont soumises à plusieurs lavages successifs par un premier solvant organique volatil 1. La décantation puis l'évaporation sous vide du solvant 1 permettent d'obtenir la « concrète ». Un éventuel traitement de la « concrète » avec un deuxième solvant 2, notamment l'éthanol, permet d'éliminer les impuretés présentes (cires,...) et ainsi d'obtenir l'« absolue » après évaporation du solvant 2 (voir *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, "Perfumes", John Wiley & Sons, Inc. K. D. Perring, p. 1 à 46 (2016) DOI: 10.1002/0471238961.1605180619030818.a01.pub3 et *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, , "Perfumes", M. V. Ende, W. Sturm, K. Peters, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, (2017) https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/14356007.a19_171.pub2). Parmi ces différentes techniques d'extraction, l'extraction par solvants volatils est la méthode pri-

vilégiée pour l'obtention de « concrètes » puis d' « absolues » de certaines matières naturelles comme matières premières de parfumerie. Pour ce faire, les solvants d'origine fossile notamment les solvants aliphatiques sont choisis en particulier comme solvant 1 (voir par exemple *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, "Perfumes", John Wiley & Sons, Inc. K. D. Perring, p. 1 à 46 (2016) DOI: 10.1002/0471238961.1605180619030818.a01.pub3 et *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, , "Perfumes", M. V. Ende, W. Sturm, K. Peters, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, (2017) https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/14356007.a19_171.pub2).

- [0003] Par exemple le n-hexane est souvent utilisé à l'échelle industrielle du fait d'un faible prix de revient, de sa capacité à solubiliser une grande variété de produits dont les huiles végétales, les arômes, les parfums et les couleurs. En revanche, le n-hexane est un solvant non-renouvelable, peu amical pour l'environnement. D'autre part, la nature du solvant d'extraction peut conduire à une odeur chimique telle qu'une odeur d'éther de pétrole qui diffère de l'odeur de la matière naturelle solide d'origine. En outre l'odeur n'est pas toujours rémanente dans le temps.
- [0004] Il est donc d'un grand intérêt de trouver un procédé de préparation de concrètes et/ou d'absolues alternatif mettant en œuvre dans son procédé un solvant d'extraction de préférence « vert » à la place de solvant d'origine fossile tel que le n-hexane, et qui en outre ne dénature pas l'odeur de l'absolue ou qui ne laisse pas une odeur « chimique » telle que par exemple une odeur d'éther de pétrole dans l'absolue.
- [0005] En 1991 le concept de Green Chemistry a été évoqué. Il a pour but de réduire ou d'éliminer à la source l'utilisation de substances dangereuses dans la conception de nouveaux produits. Ultérieurement il a été proposé douze principes de chimie verte « *Green chemistry: theory and practice* », Oxford Science, New York, P. T. Anastas et al., (1998). Les indicateurs de chimie verte, tels que le E-factor ou l'économie d'atomes, permettent de mesurer les différents aspects d'un processus chimique se rapportant aux principes de la chimie verte (voir par ex. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, Green Chemistry, Michael A. Matthews, Vol. 12, p. 799 à 818, 19/04/2013, <https://doi.org/10.1002/0471238961.0718050513012020.a01> et *Ibid*, Green Chemistry, Applications, Albert S. Matlack, p. 1 à 33, <https://doi.org/10.1002/0471238961.greematl.a01>).
- [0006] L'extraction au n-heptane de matière naturelle a été décrite pour obtenir des concrètes et absolues à partir de solvant n-heptane d'origine fossile et issu d'une source végétale de *Commiphora wildii* (WO 2019/149701). Néanmoins les rendements de concrètes et d'absolues ne sont pas toujours satisfaisants par rapport à la matière première de départ. En outre l'odeur peut être moins agréable ou moins proche de celle de la matière naturelle avec une note « chimique ».

- [0007] Il est également souhaitable de pouvoir extraire une concrète et/ou une absolue de matière naturelle solide, fraîche, flétrie ou sèche, notamment végétale à partir de solvant de préférence « vert » sans avoir à déplorer un changement d'odeur de la concrète et/ou l'absolue ou une trace olfactive du solvant qui a permis d'extraire la ou lesdites concrètes et absolues notamment une odeur de produit « non naturel » comme l'éther de pétrole. De plus, il est d'un grand intérêt d'obtenir des rendements d'extraction très nettement améliorés par rapport aux solvants d'extraction classiques.
- [0008] Ces problèmes techniques ont été résolus par le procédé de l'invention.
- [0009] L'invention a ainsi pour objet un procédé de préparation d'une concrète et/ou d'une absolue de parfum mettant en œuvre au moins une étape de mise en contact a) d'un premier système de solvants comprenant au moins un solvant alcane linéaire ou ramifié comprenant au moins 8 atomes de carbone, particulièrement comprenant au plus 15 atomes de carbone, plus particulièrement comprenant de 8 à 12 atomes de carbone ;
- [0010] avec :
- [0011] b) une ou plusieurs matière(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) choisie(s) parmi :
- [0012] i) les fleurs de rose (*Rosa plathyrhodon*, *Rosa hesperhodos*, *Rosa hulthemia* et *Rosa eurosa* et plus particulièrement *les Rosa centifolia* et *Rosa damascena*), les fleurs de jasmin (*jasminum* et plus particulièrement *Jasminum grandiflorum* et *Jasminum sambac*), les fleurs de lavande, les fleurs de lavandin (*Lavandin stoechas*, *Lavandula hybrida*, *Lavandula augustifolia* anciennement *officinalis* et *Lavandula latifolia* et plus particulièrement *Lavandula hybrida abrial*, *Lavandula hybrida grosso*, *Lavandula hybrida reydoan*, *Lavandula hybrida sumian* et *Lavandula hybrida super*), les fleurs d'oranger (*citrus sinensis* ou du bigaradier *citrus aurantium L*), les fleurs de tubéreuses (*Agave polianthes* ou *Polianthes tuberosa*) , les fleurs d'ylang-ylang (*Cananga odorata*), fleurs de violette (*Viola odorata var. Victoria*), et les fleurs de mimosa (*fleur d'Acacia dealbata*, *Acacia decurrens*) ;
- [0013] ii) les tiges et les feuilles de géranium (*Pelargonium* avec notamment *Cicconium*, *Magnipetala*, *Parvulipetala*, *Paucisignata* et plus particulièrement *Pelargonium graveolens*), les tiges et les feuilles de patchouli (*Pogostemon cablin* et *Pogostemon heyanus*) et les tiges et les feuilles de petit grain (*Citrus aurantium* plus particulièrement *Citrus aurantium ssp. amara* , ou *Citrus var. bigaradia* , ou *Citrus aurantium ssp. Aurantium*) ;
- [0014] iii) les fruits choisis parmi l'anis (*Pimpinella Anisum*), la coriandre (*Coriandrum sativum*) , le carvi (*Carvi*), le cumin (*Cuminum cyminum*) et le genévrier (*Juniperus* plus particulièrement *Juniperus communis*, *Juniperus oxycedrus*, *Juniperus thurifera*, *Juniperus phoenicea L.*) ;
- [0015] iv) les agrumes tels que la bergamote (*Citrus bergamia*), les variétés de citron

(*Citronella*, *Citrus limonum*), les variétés d'orange (*Citrus sinensis* L.), les variétés de mandarine (*Citrus reticulata*), les variétés de pamplemousse (*Citrus paradisi*) ; de préférence les variétés de citron, les variétés de bergamote, les variétés de mandarine, ou les variétés de pamplemousse ; de préférence *Citrus bergamia* (bergamote), ou *Citrus paradisi* (pamplemousse)

- [0016] v) les graines de macis (*Myristica fragrans*), les graines de l'angélique (*Angelica archangelica*), les graines de céleri (*Apium graveolens*) et les graines de cardamone (*Elettaria cardamumum*), les graines ou fèves de tonka (*Dipteryx odorata*), les gousses et/ou les graines de vanille (*Vanilla planifolia*), de préférence les graines de cardamone (*Elettaria cardamumum*); vi) les racines de l'angélique (*Angelica archangelica*), les racines du vétiver (*Vetiveria* et plus particulièrement *Vetiveria zizanoïde*, *Vetiveria nemoralis*, et *Vetiveria nigritana*) et les racines de l'iris particulièrement *Iris germanica* et *Iris pallida* ; vii) les bois de santal (*Santalum* et plus particulièrement *Santalum album*, *Santalum ellipticum*, *Santalum spicatum*), les bois de rose (*Aniba rosaeodora*), les bois de rose de cèdre (*Cedrus* plus particulièrement *Cedrus atlantica* et *Cedrus juniperus*) et les bois de gaïac (*Bulnesia sarmienti*, *Guaiacum officinale* et *Guaiacum sanctum*);
- [0017] viii) les herbes et graminées choisies parmi l'estragon (*Artemisia dracunculus*), la citronnelle (*Cymbopogon* et plus particulièrement *Cymbopogon citratus*), la sauge (*Salvia* et plus particulièrement *Salvia officinalis* et *Salvia sclarea*), la menthe (*Mentha* et plus particulièrement *Mentha aquatica*, *Mentha canadensis*, *Mentha spicata*) et le thym (*Thymus* plus particulièrement *Thymus vulgaris* et *Thymus zygis*) ;
- [0018] ix) les aiguilles et brindilles d'épinette, les aiguilles et brindilles d'épinette sapin (*Abies* et plus particulièrement *Abies alba*), les aiguilles et brindilles d'épinette romarin (*Salvia rosmarinus* anciennement *Romarinus officinalis*), et les aiguilles et brindilles d'épinette pin (*Pinus* et plus particulièrement *Pinus sylvestris*) ;
- [0019] et
- [0020] x) les résines et baumes dérivés de galbanum (*Ferula galbaniflua* ou *Ferula gummosa*), élémi (*Canarium* et plus particulièrement *Canarium commune*, *Canarium luzonicum*, et *Canarium indicum*), benjoin (*Styrax* et plus particulièrement *Styrax tonkiniensis* et *Styrax benzoin*), myrrhe (*Commiphora myrrha* ou *Commiphora molmol* et *Commiphora opobalsamum*), et oliban (*Boswellia* plus particulièrement *Boswellia sacra*) ;
- [0021] étant entendu que les graines ou fèves v) peuvent se trouver avec ou sans coques, de préférence sans coques.
- [0022] Un autre objet de l'invention est une concrète et/ou une absolue obtenue à partir du procédé de préparation tel que défini précédemment.
- [0023] Un autre objet est une composition, notamment cosmétique, comprenant au moins

une concrète et/ou au moins une absolue ; étant entendu que la ou lesdites concrètes et/ou la ou lesdites absolue(s) est(sont) obtenue(s) par le procédé de préparation tel que défini précédemment.

- [0024] Un autre objet de l'invention est un procédé de traitement des matières kératiniques notamment humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, mettant en œuvre l'application sur les matières kératiniques de concrète(s) et/ou d'absolue(s) obtenue(s) à partir du procédé de préparation tel que défini précédemment, étant entendu que la ou les concrète(s) et/ou la ou les absolue(s) peu(ven)t être contenue(s) dans une composition cosmétique.
- [0025] Un autre objet de l'invention est un procédé de parfumage d'un support i) tel que :
- [0026] - les matières kératiniques notamment humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux,
- [0027] - les matières textiles telles que les matières naturelles, comme le coton, le lin, la soie et la laine, ou les matières synthétiques comme les polyamides tels que le nylon, les polyesters, les acryliques, les élasthannes comme le Spandex® et le Lycra®,
- [0028] - le bois,
- [0029] - le papier,
- [0030] - les articles en cuir tels que les chaussures, les gants, et/ou
- [0031] - de l'atmosphère ii) (parfums d'ambiances, parfums d'armoires),
- [0032] mettant en œuvre une ou plusieurs concrète(s) telle(s) que définie(s) ci-après et/ou une ou plusieurs absolue(s) telle(s) que définie(s) ci-après, par application ou pulvérisation de la ou des concrète(s) et/ou de la ou des absolue(s) sur le ou les support(s) i), ou dans l'air ambiant ii) étant entendu que la concrète et/ou l'absolue peu(ven)t être contenue(s) dans une composition telle que définie ci-après.
- [0033] Un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un système de solvant(s) a) comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone, particulièrement au plus 15 atomes de carbone, plus particulièrement comprenant de 8 à 12 atomes de carbone, de préférence le(s) dit(s) solvant(s) ayant un point d'ébullition à pression atmosphérique supérieur ou égal à 100 °C et particulièrement un point d'ébullition à pression atmosphérique inférieur ou égal à 200 °C, plus particulièrement compris entre 105 °C et 190 °C, encore plus préférentiellement entre 110 °C et 180 °C, mieux entre 120 °C et 175 °C, pour extraire une concrète de parfum et/ou une absolue de parfum à partir de matière(s) naturelle(s) solide(s), fraîche(s) flétrie(s) ou sèche(s), i) à x) b) telle(s) que définie(s) précédemment, sans déplorer d'odeur chimique telle qu'une odeur de solvant chimique.
- [0034] Un autre objet de l'invention est l'utilisation d'une ou plusieurs concrètes et/ou d'une ou plusieurs absolues obtenues selon le procédé de préparation tel que défini précédemment pour le parfumage d'un support i) tel que :

- [0035] - les matières kératiniques notamment humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux,
- [0036] - les matières textiles telles que les matières naturelles, comme le coton, le lin, la soie et la laine, ou les matières synthétiques comme les polyamides tel que le nylon, les polyester, les acryliques, les élasthannes comme le Spandex® et le Lycra®,
- [0037] - le bois,
- [0038] - le papier,
- [0039] - les articles en cuir tels que les chaussures, les gants, et/ou
- [0040] - de l'atmosphère ii) (parfums d'ambiances, parfums d'armoires),
- [0041] Il apparait, de manière inattendue, que les odeurs de(s) concrète(s) et/ou d'absolue(s) selon l'invention notamment celles florales ou issues de graines se détériorent peu et restent rémanentes dans le temps, et/ou après application sur matières kératiniques, notamment sur la peau ou sur les fibres kératiniques comme les cheveux. Notamment les notes de parfums de(s) concrète(s) et/ou d'absolue(s) selon l'invention sont et/ou restent puissantes dans le temps. De plus la ou les concrète(s) et/ou la ou les absolue(s) obtenue(s) selon le procédé de l'invention sont relativement stables vis-à-vis des agressions extérieures telles que la lumière, la température et/ou la sueur.
- [0042] En outre, le procédé de préparation de concrète et/ou d'absolue selon l'invention permet notamment d'obtenir des concrètes et/ou absolues avec un rendement très satisfaisant (au moins comparable éventuellement supérieur à celles obtenues avec les solvants d'origine pétrolière notamment les solvants aliphatiques tels que le n-heptane) et d'odeurs très proches des matières premières naturelles solides de départ sans déplorer de trace olfactive « non naturelle » liée au solvant. Par exemple sur le plan olfactif l'absolue de vanille obtenue par le procédé selon l'invention a une odeur caractéristique de la gousse de vanille séchée sans note de solvant, et plus proche de l'odeur naturelle que celle obtenue avec l'extraction de solvants aliphatiques tels que le n-hexane ou le n-heptane. Les extraits odorants contenus dans les concrètes et/ou absolues de l'invention possèdent une odeur sensiblement similaire à celle de la matière première végétale de départ. Les concrètes et/ou absolues de l'invention sont utilisables en parfumerie, en cosmétique et également pour le parfumage de supports i) tels que décrits précédemment ou d'atmosphère.
- [0043] Au sens de la présente invention, et à moins qu'une indication différente ne soit donnée :
- [0044] Par « broyage » également appelé « *comminution* », « *attrition* », ou « *grinding* », « *crushing* » en anglais, on entend l'opération consistant à diviser la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s) jusqu'à l'état de poudre de préférence fine, de préférence de taille des particules de la poudre inférieure à 900 µm, de manière avantageuse, la taille des particules est comprise entre 10 µm et 500 µm.

- [0045] Par « *poudre* », on entend une composition sous forme pulvérulente, de préférence essentiellement dépourvue de poussière. Autrement dit, la distribution granulométrique des particules est telle que le taux pondéral des particules qui ont une taille inférieure ou égale à 50 micromètres (taux de poussières) de préférence inférieure ou égale à 10 micromètres (taux de poussières) est avantageusement inférieur ou égal à 5 %, de préférence inférieur à 2 % et plus particulièrement inférieur à 1 % (taille des particules évaluées au moyen d'un granulomètre RETSCH AS 200 DIGIT ; Hauteur d'oscillation : 1,25 mm / temps de tamisage : 5 minutes). De manière avantageuse, la taille des particules est comprise entre 10 µm et 500 µm. La « poudre » de matière(s) naturelle(s) solide(s) peut être tamisée pour obtenir des particules de tailles limites supérieure correspondant aux orifices ou tailles des mailles du tamis compris particulièrement entre 35 et 80 mesh (US). Selon un mode particulier de l'invention la taille des particules de la poudre de matière(s) naturelle(s) solide(s) est fine. Selon l'invention, on entend plus particulièrement une taille de particules inférieure ou égale à 900 µm. Préférentiellement, la poudre est constituée de fines particules de taille comprises entre 7 et 700 µm et mieux encore entre 100 nm et 500 µm.
- [0046] Par matière « *sèche* » on entend une matière première végétale dans laquelle il a été retiré de l'eau, de préférence la teneur en humidité i.e. en eau est comprise entre 0 à 10 %, de préférence inférieure à 5 %, encore plus préférentiellement inférieure à 2 %, mieux inférieure 1 %, telle qu'inférieure à 0,5 % en poids par rapport au poids total de ladite matière solide, sous forme de poudre ou non.
- [0047] Par matière « *fraîche* » on entend la matière hydratée dans laquelle il n'a pas été retiré d'eau, elles ont de préférence été récoltées de quelques heures à quelques jours (jusqu'à 15 jours) avant la mise en contact avec le ou les solvant(s) et maintenue à une température compatible et avec un degré hygrométrique permettant de maintenir le taux d'eau dans ladite matière avec +/- 2 % d'eau; de préférence les matières fraîches ont une teneur en eau supérieure 10 % en eau en poids par rapport au poids total de ladite matière solide, sous forme de poudre ou non. Plus préférentiellement la ou les matière(s) fraîche(s) de l'invention est(sont) choisie(s) parmi les fleurs, tel que les fleurs de jasmin, les fleurs de mimosa, les fleurs de rose, les fleurs de tubéreuses, les fleurs d'oranger, et les fleurs d'ylang-ylang, et de préférence ces fleurs sont traitées avec le procédé de l'invention dans la journée après cueillette, ou dans 2 à 5 jours après la cueillette en ayant pris soin d'avoir conservé les fleurs à une température comprise entre 1°C et 5°C.
- [0048] Par matière « *flétrie* » on entend une matière première végétale qui est une matière fraîche particulière dont la floraison est terminée, et/ou la matière sèche est stockée un à plusieurs jours (jusqu'à 15 jours) avant d'être traitée par le procédé selon l'invention et dans laquelle en outre il a retiré de l'eau en quantité inférieure à 80 % en poids, de

préférence inférieure à 50 % en poids, telle que 1 % à 40 % en poids, notamment 1 % à 20 % en poids Par « *matière naturelle* », on entend une matière première d'origine végétale.

[0049] Par « *matière première de parfum* » on entend une matière à l'état brut extraite de la nature comportant des actifs olfactifs utilisés dans la parfumerie, ou dans l'élaboration de parfums.

[0050] Par « *parfum* » on entend une composition olfactive particulière, fortement concentrée, proposée conditionnée et à forte concentration olfactive, on entend également par « *parfum* » une eau de toilette, une eau de parfum ou une eau de Cologne.

[0051] D'une façon générale, les parfums sont constitués d'un mélange d'ingrédients dits de parfumerie qui peuvent être également classés en notes de tête, notes de cœur et notes de fond. Les trois notes correspondent à la volatilité plus ou moins importante des ingrédients qui les composent : note de tête fortement volatile, note de cœur moyennement volatile et note de fond faiblement volatile.

[0052] (i) La note de tête appelée aussi « *départ* » est celle que l'odorat perçoit en premier dès que le parfum est en contact avec la matière kératinique ou tout autre substrat. Mais c'est celle qui s'atténue le plus rapidement : elle ne "tient pas". Il est difficile d'exprimer le temps de persistance de cette note, car il est très variable : de quelques minutes à une dizaine de minutes. Elle est essentiellement fraîche et légère. Tous les agrumes appartiennent notamment à cette catégorie. En parfumerie, on les range sous le terme générique d'hespéridés dont font partie orange, citron, pamplemousse, bergamote, fleur d'oranger, néroli etc... On citera également les aromates tels que la lavande, le laurier, le thym ou le romarin et les anisés, mentholés, aldéhydés, etc. On citera également les notes eucalyptus.

[0053] (ii) La note de cœur, parfois appelée aussi « *corps* » a une persistance qui va de quelques dizaines de minutes à quelques heures, mais sa principale caractéristique est de ne se révéler qu'au bout de quelques minutes. Elle "démarré" donc juste avant l'extinction de la note de tête. Elle commence à s'exprimer alors que la note de tête s'efface progressivement. Elle est représentée essentiellement par des éléments floraux, fruités ou épicés : muguet, chèvrefeuille, violette, magnolia, cannelle, géranium, jasmin, rose, iris, framboise, pêche, etc...

[0054] (iii) La note de fond, parfois appelée aussi « *fond* » assure la "durabilité", la persistance ou la ténacité d'un parfum. Elle est perceptible plusieurs heures, voire plusieurs jours, ou même plusieurs semaines après application sur un vêtement ou sur une mouillette ou touche olfactive, selon la concentration du parfum. On citera par exemple les bois, racines, mousses, résines et les substances animales ou minérales telles que opoponax, muscs, ambre, santal, benjoin, lichen, clou de girofle, sauge, etc.

On citera également les notes vanillées, le patchouli, les coumarines...etc.

- [0055] Par « *végétale* » ou « *végétal* » on entend le groupe d'organismes photosynthétiques et dont les cellules ont une paroi constituée de cellulose.
- [0056] Par « *solide* » on entend que la matière première a une consistance, qui n'est pas liquide à température ambiante (25 °C) et pression atmosphérique (760 mm de Hg), c'est-à-dire une composition de consistance élevée, qui conserve sa forme pendant le stockage. Par opposition aux compositions dites fluides ou liquide, elle ne s'écoule pas sous son propre poids, tout en pouvant être plus ou moins molle.
- [0057] Par « *solvant* » on entend une substance liquide à température ambiante (25 °C) et à pression atmosphérique, qui a la propriété de dissoudre, de diluer ou d'extraire d'autres substances sans les modifier chimiquement et sans lui-même se modifier chimiquement.
- [0058] Par « *solvant organique* », on entend une substance organique, de préférence liquide à température ambiante et pression atmosphérique, capable de dissoudre ou disperser une autre substance sans la modifier chimiquement.
- [0059] Par « *anhydre* », on entend au sens de la présente invention, une phase liquide présentant une teneur en eau inférieure à 5 % en poids, de préférence inférieure à 2 % en poids et de manière encore plus préférée inférieure à 1 % en poids par rapport au poids de ladite phase liquide voire encore moins de 0,5 % et notamment exempte d'eau, l'eau n'étant pas ajoutée lors de la préparation de la phase liquide mais correspondant à l'eau résiduelle apportée par les ingrédients mélangés
- [0060] Par « *système de solvants* », on entend un seul solvant ou un mélange de plusieurs solvants de préférence 2 ou 3 solvants, si le système de solvant est un mélange de solvants, de préférence tous les solvants sont « verts ».
- [0061] Lorsque l'on parle de la température du point d'ébullition du système de solvants comprenant un mélange de solvants, on entend que le point d'ébullition à pression atmosphérique de chaque solvant dudit mélange doit respecter la température en question i.e. le(s) dit(s) solvant(s) ont chacun un point d'ébullition à pression atmosphérique supérieur ou égal à 100 °C et particulièrement un point d'ébullition à pression atmosphérique inférieur ou égal à 200 °C, plus particulièrement compris entre 105 °C et 190 °C, encore plus préférentiellement entre 110 °C et 180 °C, mieux entre 120 °C et 175 °C.
- [0062] Par solvant « *vert* » on entend un solvant qui respecte au moins un des 12 principes de la chimie verte.
- [0063] Par « *solvant alcane* » au sens de la présente invention, on entend un solvant hydrocarboné saturé acyclique comprenant au moins 8 atomes de carbone, et particulièrement au plus 15 atomes de carbone, plus particulièrement comprenant de 8 à 12

atomes de carbone.

- [0064] - un « *radical alkyle* » est un groupe hydrocarboné saturé en C₁-C₈, linéaire ou ramifié, en particulier en C₁-C₆, de préférence en C₁-C₄ tel que méthyle, éthyle, n-propyle, isopropyle ou i-propyle, n-butyle, isobutyle ou i-butyle et tertio-butyle ou t-butyle ;
- [0065]
- [0066] Par « *extraction solide/liquide* » ou « *lixiviation* » ou « *leaching* » en anglais, on entend le processus pour extraire totalement ou partiellement un ou plusieurs composés de matière naturelle dans un solvant approprié. L'extraction solide/liquide (également symbolisée par « liquide – solide ») couvre une variété de procédés d'extraction connus de l'homme du métier (voir Extraction Liquid-Solid, *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, Richard J. Wakeman (2000) ; <https://doi.org/10.1002/0471238961.1209172123011105.a01> et Extraction Liquid-Solid, *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, T.Voeste, et al., (2012) DOI: 10.1002 / 14356007.b03_07.pub2.
- [0067] Au sens de la présente invention, on entend désigner par « *milieu physiologiquement acceptable* », un milieu convenant à l'administration d'une composition par voie topique. Un milieu physiologiquement acceptable est sans odeur désagréable et/ou aspect désagréable, et est parfaitement compatible avec la voie d'administration topique.
- [0068] Par « *matière kératinique* », on entend la peau, le cuir chevelu, les lèvres, et/ou les phanères telles que les ongles et les fibres kératiniques, comme par exemple, les poils, les cils, les sourcils et les cheveux.
- [0069] Par « *composition cosmétique* », on entend au sens de l'invention toute composition appliquée sur une matière kératinique pour produire un effet non-thérapeutique d'hygiène, de soin, de parfumage, de conditionnement ou de maquillage contribuant à l'amélioration du bien-être et/ou à l'embellissement et/ou la modification de l'aspect de la matière kératinique sur laquelle on applique ladite composition.
- [0070] Par « *composition dermatologique* », on entend au sens de l'invention toute composition appliquée sur une matière kératinique pour prévenir et/ou traiter un désordre ou un dysfonctionnement de ladite matière kératinique.
- [0071] Par « *traitement cosmétique* », on entend au sens de l'invention tout effet non-thérapeutique de parfumage, d'hygiène, de soin, de conditionnement ou de maquillage contribuant à l'amélioration du bien-être et/ou à l'embellissement et/ou la modification de l'aspect ou de l'odeur de la matière kératinique sur laquelle on applique ladite composition.
- [0072] Par ultrasons « *hautes fréquences* » on entend des sons dont la fréquence est supérieure à 100 kHz et pour les très hautes fréquences supérieures à 1 MHz ;

- [0073] Par ultrasons « basses fréquences » on entend des sons dont la fréquence est comprise entre 16 et 100 kHz.
- [0074] Le procédé de préparation de la « concrète » et/ou de l'« absolue » :
- [0075] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, la première étape du procédé de préparation de la concrète et/ou absolue peut être précédée par le séchage de la ou des matière(s) naturelle(s) solides i) à x) telle(s) que définie(s) précédemment et/ou éventuellement par le broyage de matière(s) naturelle(s) i) à x) telle(s) que définie(s) précédemment.
- [0076] *Etape de séchage de matière naturelle solide*
- [0077] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention le ou les matière(s) naturelle(s) i) à x) utilisée(s) dans le procédé a(ont) été au préalable lavée(s) et/ou rincée(s) à l'eau et/ou séchée(s) à l'air libre ou à l'aide de moyen thermique classique à une température comprise de préférence entre 10 °C et 35 °C, ou alors déshydratée(s) dans un four thermique ou à micro-ondes, ou à température ambiante à l'aide par exemple d'un dessiccateur, sous vide ou non, notamment à silica ou P₂O₅, ou à l'aide d'un déshydrateur.
- [0078] *Etape de broyage(s)*
- [0079] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, un ou plusieurs broyage(s) est(sont) réalisé(s) sur b) la ou les matière(s) naturelle(s), fraîche(s) ou sèche(s) i) à x) telles que définies précédemment avant la mise en contact avec le premier système de solvant a) tel que défini précédemment pour conduire au mélange a) + b). Plus particulièrement le ou les broyages sont réalisés à température ambiante (25 °C) ou à basse température ; en particulier à une température inférieure à 0 °C, inférieure à -10 °C, plus particulièrement inférieure à -30 °C, encore plus particulièrement à une température inférieure à -70 °C notamment à l'aide de carboglace, d'azote liquide ou d'un mélange renfermant carboglace et/ou azote liquide tel que l'association de méthanol et azote liquide.
- [0080] Le ou les broyage(s) de la ou des matière(s) naturelle(s) i) à x) peu(ven)t être mécanique(s) tel(s) que le broyage à l'aide d'un pilon et d'un mortier, d'un broyeur à bille, d'un cryobroyeur, d'un yagen, d'un broyeur planétaire, d'un broyeur d'analyse notamment à couteaux, d'un broyeur à couteaux (blendeur) ou à l'aide de broyeur/microniseur industriel ou « industrial crusher », de préférence de broyeur d'analyse notamment à couteaux.
- [0081] Le temps de broyage dépend du résultat que l'on souhaite en termes de finesse de broyat, généralement il est compris entre 1 seconde et 5 minutes avec un broyeur d'analyse notamment à couteaux, de préférence entre 10 secondes et 1 minute, plus préférentiellement entre 20 secondes et 40 secondes.
- [0082] Selon un autre mode de réalisation particulier de l'invention le broyage de la ou des

matière(s) naturelle(s) est(sont) réalisée(s) après traitement à l'azote liquide.

- [0083] De préférence le ou les broyage(s) est(sont) mécanique(s). Plus particulièrement le ou les broyage(s) est(sont) réalisé(s) à température ambiante (25 °C). Plus préférentiellement le broyage ou les broyage(s) est(sont) effectué(s) sur graines, avec ou sans coques, avec ou sans la gousse de matière(s) naturelle(s) notamment végétale(s). Selon un mode de réalisation, le broyage est réalisé sur des graines et/ou des gousses v), de préférence sur des gousses v) telles que des gousses de vanille notamment séchées.
- [0084] Si la qualité de la poudre après broyage n'est pas suffisamment fine c'est dire que les particules sont de taille supérieure à 500 µm, l'étape de broyage peut être répétée avec le même appareil ou sur un autre appareil de broyage notamment un broyeur/microniseur.
- [0085] Idéalement la taille de la poudre obtenue après broyage(s) est comprise entre 500 nm et 900 µm, plus particulièrement entre 100 nm et 500 µm. La taille de la poudre obtenue après broyage(s) est de préférence comprise entre 500 nm et 100 µm, plus particulièrement entre 100 nm et 50 µm.
- [0086] La granulométrie de la poudre est évaluée selon l'analyse de diffusion de la lumière avec une poudre sèche.
- [0087] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention le ou les broyage(s) de matière(s) naturelle(s) est(sont) effectué(s) sur des graines, avec ou sans coques, avec ou sans gousse de préférence sans coques. Selon un mode de réalisation particulièrement préféré, le broyage est réalisé sur des graines ou des gousses v), de préférence des gousses v) telles que des gousses de vanille séchées.
- [0088] *La ou les matière(s) naturelle(s) b) :*
- [0089] La ou les matière(s) naturelle(s) b) sont choisies parmi :
- [0090] i) les fleurs choisies parmi : les 4 sous familles *Rosa plathyrhodon*, *Rosa hesperhodos*, *Rosa hulthemia* et *Rosa eurosa* et plus particulièrement les *Rosa centifolia* et *Rosa damascena* (rose), jasminum et plus particulièrement *Jasminum grandiflorum* et *Jasminum sambac* (jasmin), *Lavandula stoechas*, *Lavandula hybrida*, *Lavandula augustifolia* anciennement *officinalis* et *Lavandula latifolia* et plus particulièrement *Lavandula hybrida abrial*, *Lavandula hybrida grosso*, *Lavandula hybrida reydovan*, *Lavandula hybrida sumian* et *Lavandula hybrida super* (Lavande et lavandin) , les fleur de l'oranger *Citrus sinensis* ou du bigaradier *Citrus aurantium L* (fleurs d'oranger) , Agave polianthes ou *Polianthes tuberosa* (les fleurs de tubéreuse), *Cananga odorata* (les fleurs d'ylang-ylang), et les fleurs de mimosa (*fleur d'Acacia dealbata*, *Acacia decurrens*) ;
- [0091] ii) les tiges et les feuilles de geranium, de pelargonium avec notamment *Cicconium*, *Magnipetala*, *Parvulipetala*, *Paucisignata* et plus particulièrement *Pelargonium graveolens* (Géranium), les tiges et les feuilles de *Pogostemon cablin* et *Pogostemon*

- heyanus* (patchouli) et les tiges et les feuilles de *Citrus aurantium* plus particulièrement *Citrus aurantium* ssp. *amara* , ou *Citrus var. bigaradia* , ou *Citrus aurantium* ssp. *Aurantium*, (petit grain) ;
- [0092] iii) les fruits choisis parmi *Pimpinella anisum* (anis), *Coriandrum sativum* (coriandre), *Carum carvi* (carvi), *Cuminum cyminum* (cumin) et *Juniperus* plus particulièrement *Juniperus communis*, *Juniperus oxycedrus*, *Juniperus thurifera*, *Juniperus phoenicea* L., (genévrier) ;
- [0093] iv) les agrumes choisis parmi les variétés de citron, les variétés de mandarine (*Citrus reticulata*), les variétés de clémentine (*Citrus clementina*), les variétés de pamplemousse, particulièrement la bergamote (*Citrus bergamia*), le citron (*Citronella*, *Citrus limonum*), la mandarine telle que *Citrus reticulata* ou de pamplemousse (*Citrus paradisi*) ; de préférence la bergamote, ou de pamplemousse ;
- [0094] de préférence *Citrus bergamia* (bergamote), ou *Citrus paradisi* (pamplemousse) ;
- [0095] v) les graines de *Myristica fragrans* (macis), les graines de *Angelica archangelica* (angélique), les graines de *Apium graveolens* (céleri) et les graines de *Elettaria cardamomum* (cardamome), les graines ou fèves de *Dipteryx odorata* (tonka), *Vanilla planifolia* (vanille, et/ou gousse de vanille, et/ou graines de vanilles), de préférence les graines de *Elettaria cardamomum* (cardamome), les graines ou fèves de *Dipteryx odorata* (tonka), et *Vanilla planifolia* (vanille et/ou gousse de vanille) et encore plus préférentiellement la cardamome ou la vanille, notamment la vanille;
- [0096] vi) les racines de *Angelica archangelica* (angélique), les racines du *Vetiveria* et plus particulièrement *Vetiveria zizanoïde*, *Vetiveria nemoralis*, et *Vetiveria nigriflora* (vétiver) et les racines d'Iris plus particulièrement *Iris germanica* et *Iris pallida* (iris);
- [0097] vii) les bois de *Santalum* et plus particulièrement *Santalum album*, *Santalum ellipticum*, *Santalum spicatum* (bois de santal), les bois de *Aniba rosaeodora* (bois de rose), les bois de *Cedrus* plus particulièrement *Cedrus atlantica* et *Cedrus juniperus* (bois de cèdre) et les bois de *Bulnesia sarmienti*, *Guaiacum officinale* et *Guaiacum sanctum*, (bois de gaïac) ;
- [0098] viii) les herbes et graminées choisies parmi *Artemisia dracunculus* (estragon), *Cymbopogon* et plus particulièrement *Cymbopogon citratus* (citronnelle), *Salvia* et plus particulièrement *Salvia officinalis* et *Salvia sclarea* (sauge), *Mentha* et plus particulièrement *Mentha aquatica*, *Mentha canadensis*, *Mentha spicata* (menthe) et *Thymus* plus particulièrement *Thymus vulgaris* et *Thymus zygis* (thym) ; ix) les aiguilles et brindilles d'épinette, les aiguilles et brindilles d'épinette de *Abies* et plus particulièrement *Abies alba* (sapin), les aiguilles et brindilles d'épinette de *Salvia rosmarinus* anciennement *Rosmarinus officinalis* (romarin), et les aiguilles et brindilles d'épinette de *Pinus* et plus particulièrement *Pinus sylvestris* (pin) ; et
- [0099] x) les résines et baumes dérivés de *Ferula galbaniflua* ou *Ferula gummosa*

(galbanum), *Canarium* et plus particulièrement *Canarium commune*, *Canarium luzonicum*, et *Canarium indicum* (élémi), *Styrax* et plus particulièrement *Styrax tonkiniensis* et *Styrax benzoin* (benjoin), *Commiphora myrrha* ou *Commiphora molmol* et *Commiphora opobalsamum* (myrrhe), et *Boswellia* plus particulièrement *Boswellia sacra* (oliban)

- [0100] Particulièrement iv) les agrumes de l'invention sont tels que les variétés de *Citrus bergamia* (bergamote), les variétés de Citronella, *Citrus limonum* (citron), les variétés de *Citrus reticulata* (mandarine), les variétés de *Citrus paradisi* (pamplemousse) ; de préférence *Citrus bergamia* (bergamote), ou *Citrus paradisi* (pamplemousse).
- [0101] Selon un mode de réalisation particulier les agrumes iv) de l'invention sont choisis parmi les variétés de citron (*Citronella*, *Citrus limonum*) telles que le calamondin, la bergamote, le kumquat, le cédrat, le citron caviar, le citron jaune, le citron vert, le combava, et le yuzu, les variétés de mandarine (*Citrus reticulata*) et de clémentine (*Citrus clementina*) telles que Nova, Encorce, Fortune, Ortanique, Nour ou MA3, Cassar, Hernandina, Marisol, Nules, Caffin, les variétés de pamplemousse (*Citrus maxima*, *Citrus grandis*, ou *Citrus paradisi*) tels que les Pomélo blanc ou sanguin, le pamplemousse blanc, le pamplemousse rose, le pamplemousse sanguin; particulièrement la bergamote (*Citrus bergamia*), le citron (*Citronella*, *Citrus limonum*), la mandarine (*Citrus reticulata*) ou le pamplemousse (*Citrus paradisi*) ; de préférence la bergamote (*Citrus bergamia*), ou le pamplemousse (*Citrus paradisi*).
- [0102] Selon un mode de réalisation particulier iv) est différent de pelure d'agrumes.
- [0103] Selon encore un mode de réalisation la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) choisie(s) parmi les familles i) à iii), et v) à x) telles que définies précédemment et notamment parmi la famille v) encore plus particulièrement la vanille.
- [0104] Lors de l'étape de mise en contact de a) avec b) du procédé de l'invention il est préféré d'utiliser une ou des matière(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) choisie(s) parmi i) les fleurs telles que lavande, lavandin, jasmin, rose et fleur d'oranger et ii) les graines avec ou sans coques telles que cardamome.
- [0105] Selon une variante particulière de l'invention, la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s), fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s), sont choisie(s) parmi les matières i) telles que décrites précédemment.
- [0106] Selon un mode de réalisation, la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) sont choisie(s) parmi le lavandin.
- [0107] Selon un autre mode de réalisation, la matière naturelle solide fraîche ou sèche est les fleurs de jasmin.
- [0108] Selon un autre mode de réalisation, la matière naturelle solide fraîche, flétrie ou sèche est les fleurs de rose.

- [0109] Selon un autre mode de réalisation, la matière naturelle solide fraîche, flétrie ou sèche est les fleurs de tubéreuses.
- [0110] Selon un autre mode de réalisation, la matière naturelle solide fraîche, flétrie ou sèche est les fleurs de mimosa.
- [0111] Selon un autre mode de réalisation, la matière naturelle solide fraîche ou sèche est les fleurs d'oranger.
- [0112] Selon un autre mode de réalisation, la matière naturelle solide fraîche ou sèche est les fleurs d'ylang-ylang.
- [0113] Selon une seconde variante avantageuse, la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s), fraîche(s) ou sèche(s), est(sont) choisie(s) parmi v) les graines de macis, les graines de l'angélique, les graines de céleri et les graines de cardamone (*Elettaria cardamomum*), les graines ou fèves de tonka, les gousses de vanille ou les graines de vanille, de préférence les gousses de vanille ou les graines de vanille, plus préférentiellement les gousses de vanille séchées notamment broyées.
- [0114] De préférence la ou les matière(s) première(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) choisie(s) parmi b) est(sont) choisie(s) parmi les familles choisies parmi i) et v) et notamment choisie(s) parmi la famille v)
- [0115] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) b) telles que définie(s) précédemment est(sont) choisie(s) parmi les familles botaniques issues de fleurs, de tiges et de feuilles, de fruits, de pelures d'agrumes, de graines, de racines, de bois, de herbes et graminées, de aiguilles et brindilles d'arbres, choisies parmi *Citrus bergamia* (bergamote), *Aniba rosaeodora* (bois de rose ou brazilian rosewood), famille de *Juniperus*, *Cupressus*, et *Cedrus* (bois de Cedar), *Citronella* (citron), *Eugenia caryophyllata* (girofle), *Galbanum ferula* (férule gommeuse), *Pelargonium graveolens* (géranium), *Jasminum officinale* var. *Grandiflorum* (Jasmin), *Lavandula hybrida*, *Lavandula augustifolia* anciennement *officinalis* et *Lavandula latifolia* (lavandin, lavande), *Evernia prunastri* (mousse de chêne), *Iris pallida* et *Iris germanica* (orris), *Citrus aurantium* sous espèce *amara* (fleur d'oranger), *Pogostemon cablin* (patchouli), *C. aurantium* (petit grain), *Rosa* notamment *Rosa damascena* et *Rosa centifolia* (rose), *Santalum album* (bois de santal), *Vetiveria zizanoides* (vétiver), *Viola odorata* var. *Victoria* (violette), *Cananga odorata* (yiang-yiang), *Vanilla planifolia* (vanille et/ou gousse de vanille) et *Elettaria cardamomum* (cardamome).
- [0116] Plus préférentiellement la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) de l'invention est(sont) choisie(s) parmi les familles botaniques suivantes *Elettaria cardamomum* (cardamome), *Jasminum officinale* var. *Grandiflorum* (Jasmin), *Rosa* notamment *Rosa damascena* et *Rosa centifolia* (rose), *Citrus aurantium* sous espèce *amara* (fleur d'oranger), et *Lavandula augustifolia* anciennement of-

ficinalis et *Lavandula latifolia* (lavandin, lavande), *Vanilla planifolia* (vanille et/ou gousse de vanille) et *fleur d'Acacia dealbata*, *Acacia decurrens* (mimosa).

- [0117] De préférence la ou les matière(s) première(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) choisie(s) parmi les familles choisies parmi i) et v). Plus préférentiellement choisie(s) parmi v) notamment les gousses et/ou les graines de vanille, préférentiellement les gousses de vanille séchées notamment broyées.
- [0118] Selon un mode de réalisation particulier, la ou les matière(s) première(s) naturelle(s) solide(s) b) sont sèche(s), de préférence choisie(s) parmi les familles i) et v), plus préférentiellement parmi la famille v) et encore plus préférentiellement les matières premières solides b) désignent les gousses de vanille séchées notamment broyées.
- [0119] *Le premier système de solvant(s) a)*
- [0120] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention le premier système de solvant comprend au moins un solvant alcane comprenant entre 8 atomes de carbone et 15 atomes de carbone, plus particulièrement comprenant de 8 à 12 atomes de carbone, de préférence le(s) dit(s) solvant(s) ayant un point d'ébullition à pression atmosphérique supérieur ou égal à 100 °C et particulièrement un point d'ébullition à pression atmosphérique inférieur ou égal à 200 °C, plus particulièrement compris entre 105 °C et 190 °C, encore plus préférentiellement entre 110 °C et 180 °C, mieux entre 120 °C et 175 °C.
- [0121] Selon un mode de réalisation de l'invention le système de solvant a) comprend au moins un solvant alcane choisi parmi les solvants de formule **(I)** ainsi que leurs isomères optiques :
- [0122] $\mathbf{R}^1\text{-[C(R}^2\text{)(R}^3\text{)]}_n\text{-R}^4\text{(I)}$
- [0123] formule **(I)** dans laquelle :
- \mathbf{R}^1 et \mathbf{R}^4 , identiques ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou un groupe (C₁-C₄) tel que méthyl ;
 - \mathbf{R}^2 et \mathbf{R}^3 , identiques ou différents, représentant un atome d'hydrogène ou un groupe (C₁-C₄)alkyle tel que méthyle, de préférence un atome d'hydrogène ; et
 - \mathbf{n} représente un entier compris entre 1 et 15, particulièrement n est compris entre 7 et 13 atomes de carbone, plus particulièrement n est compris entre 8 et 10,
- étant entendu qu'au total le solvant comprend entre 8 et 15 atomes de carbone, plus préférentiellement entre 9 à 13 atomes de carbone, tel que 12 atomes de carbone.
- [0124] A titre d'exemples de solvants alcanes de l'invention, on peut citer les solvants choisis parmi :
- [0125] 1) Octane (N° CAS 111-65-9), 2) nonane (N° CAS 111-84-2), 3) décane (N° CAS 124-18-5), 4) undécane (N° CAS 1120-21-4), 5) dodécane (N° CAS 112-40-3), 6)

tridécane (N° CAS 629-50-5), 7) tétradécane (N° CAS 629-59-4), 8) pentadécane (N° CAS 629-62-9), 9) isododécane (N° CAS 31807-55-3), 10) isohexadécane (N° CAS 43-04-9), 11) n-hexadécane, 12) n-octadécane, 13) n-nonadécane, 14) hémisqualane, 15) isodécane, 16) C₈-C₉ isoparaffine, et 17) C₁₁-C₁₃ isoparaffine.

- [0126] Particulièrement le premier système de solvant selon l'invention comprend au moins un solvant choisi parmi : 1), 2), 3), 4), 5), 9), 15), 16), et 17), plus particulièrement choisi parmi 1), 2), 3) et 9), plus préférentiellement 9) l'isododécane.
- [0127] Selon un mode de réalisation de l'invention le premier système de solvant ne comprend pas de solvant n-hexane, et plus particulièrement ne comprend pas d'hydrocarbure saturé alcane comprenant un nombre de carbone inférieur ou égal à 7 atomes de carbone. Selon un mode de réalisation de l'invention le premier système de solvant ne comprend pas d'hydrocarbure insaturé.
- [0128] Préférentiellement tous les solvants utilisés dans le procédé de l'invention sont des solvants de préférence « verts ».
- [0129] Le ou les solvants de l'invention s'ils comportent au moins un carbone asymétrique peuvent être énantiomériquement purs (R) ou (S), ou sous forme de racémique, ou mélange de ces différentes formes, ou un mélange de taux différents (R) et (S).
- [0130] De préférence le 1^{er} système de solvants comprend au moins au moins 50 % en volume de solvant alcane comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment, notamment le ou les solvant(s) alcane est(sont) choisi(s) parmi les composés de formule (I) ainsi que ses isomères optiques tels que définis précédemment par rapport au volume total du 1^{er} système de solvant. Plus préférentiellement au moins 60 % en volume de solvant alcane comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment, en volume par rapport au volume total du 1^{er} système de solvant. Encore plus préférentiellement au moins 80 % en volume de solvant alcane comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment par rapport au volume total du 1^{er} système de solvant, mieux au moins 90 % en volume de solvant alcane comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment par rapport au volume total du 1^{er} système de solvant, encore mieux 100 % en volume de solvant alcane comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment par rapport au volume total du 1^{er} système de solvant.
- [0131] Plus particulièrement lorsque le système de solvant(s) a) comprend un ou plusieurs solvant(s) additionnel(s) différent(s) du solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment, tous les solvants additionnels sont de préférence « verts ».

- [0132] Selon un mode de réalisation particulier le ou les solvants additionnels sont choisis parmi :
- [0133] (A) les solvants protiques polaires ou solvants protogènes i.e. possédant un ou plusieurs atomes d'hydrogène susceptible(s) de former des liaisons hydrogène. on peut citer l'eau, et les alcanols en (C₁-C₈) avec le groupe alcane linéaire ou ramifié, notamment les alcools tels que le bioéthanol, le 1-propanol, l'alcool isoamylique, le 2-pentanol ou l'isopropanol ;
- [0134] (B) les solvants aprotiques polaires i.e. possédant un moment dipolaire non nul et dénués d'atomes d'hydrogène susceptibles de former des liaisons hydrogène. On peut citer par exemple, les esters d'acides organiques tels que l'acétate d'éthyle, l'acétate d'isopropyle, l'acétate de propyle, l'acétate de *t*-butyle, l'acétate d'Isobutyl, le propionate de méthyle, le butyrate de methyl, l'isobutyrate de methyl, l'isovalérate de méthyl, le 2-methylbutyrate de methyl, les cétones comme la methyl ethyl cétone, la methyl propyl cétone et les carbonates d'alkyles en C₁-C₄, tels que le carbonate de diméthyle et
- [0135] (C) Les solvants aprotiques apolaires i.e. possédant un moment dipolaire permanent nul différents du ou des solvants alcanes comprenant au moins 8 atomes de carbone tels que définis précédemment. Par exemple, les hydrocarbures: alcanes linéaires ou ramifiés, alcanes cycliques, alcènes, comprenant au plus 7 atomes de carbone.
- [0136] De préférence le ou les solvants additionnels sont choisis parmi (A), (B) et leur mélange.
- [0137] Plus particulièrement les solvants additionnels de préférence « verts » différents du ou des solvants alcanes comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment, de l'invention sont choisis parmi les familles suivantes :
- Les esters d'acides organiques tels que l'acétate d'éthyle, l'acétate d'isopropyle, l'acétate de propyle, l'acétate de *t*-butyle, de préférence l'acétate d'isopropyle ;
 - les alcools tels que le bioéthanol, ou l'isopropanol ;
 - les cétones tels que la méthyl éthyl cétone, la méthyl propyl cétone
 - les carbonates d'alkyles en C₁-C₄, tels que le carbonate de diméthyle ;
 - et leur mélange.
- [0138] Selon un mode de réalisation de l'invention le système de solvant(s) a) du procédé est dépourvu de carbonate de diméthyle. Plus particulièrement le procédé de l'invention ne met pas en œuvre de carbonate de diméthyle.
- [0139] Selon un mode de réalisation particulier, le premier système de solvants présente une densité inférieure à 2, et notamment inférieure ou égale à 1,5, de préférence comprise en 0,7 et 1,5.
- [0140] Chacun des solvants utilisés dans le système de solvants a) présente une pureté d'au

moins 95 %, notamment d'au moins 97 %, en particulier d'au moins 99 %.

[0141] *Mise en contact du système de solvant(s) a) avec b) matière(s) naturelle(s) solide(s)*

[0142] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s) i) à x), broyée(s) ou non, sous forme de poudre(s) de préférence sèche(s), telle(s) que définie(s) précédemment, est(sont) mise(s) en contact a) avec un premier système de solvant(s) tel(s) que défini(s) précédemment, pour former un mélange a) + b) hétérogène.

[0143] Selon un autre mode de réalisation particulier de l'invention la ou les matière(s) naturelle(s) solide(s) i) à x), notamment les matières i) telle(s) que définie(s) précédemment sont utilisées fraîches est(sont) mise(s) en contact a) avec un premier système de solvant(s) tel(s) que défini(s) précédemment, pour former un mélange a) + b) hétérogène.

[0144] Plus particulièrement la mise en contact est réalisée à température ambiante, sous agitation ou non, de préférence sous agitation. La ou les matière(s) naturelle(s) i) à x) telle(s) que définie(s) précédemment est(sont) plus particulièrement laissée(s) à macérer ou infuser à une température comprise entre 10 °C et 40 °C, mieux entre 20 °C et 30 °C tel que 20 °C, dans le système de solvant(s) tel que défini précédemment. Selon une autre forme de l'invention, la mise en contact est réalisée avec chauffage à une température inférieure ou égale d'au moins 1 °C à 5 °C du point d'ébullition du solvant comportant le plus bas point d'ébullition telle que 30 °C. Quelle que soit la température de mise en contact de a) avec b), cette mise en contact est réalisée dans un ballon en verre ou en métal, une cuve inox industrielle ou non, à simple ou double paroi, ou tout autre réacteur adapté à accueillir des solvants et matières naturelles. La durée de macération ou infusion dudit mélange a) + b) est comprise de préférence entre quelques secondes à une semaine, plus particulièrement entre 30 minutes et 48 heures, encore plus particulièrement entre 1 heure et 36 heures, mieux entre 2 heures et 24 heures, encore mieux entre 2 heures et 6 heures. La macération ou infusion peut être réalisée sous agitation, i.e. le mélange a) + b) peut être maintenu sous agitation mécanique de préférence à une vitesse de rotation comprise entre 10 tours / minute et 1200 tours / minute, en particulier entre 100 tours / minute et 900 tours / minute, encore plus particulièrement entre 200 tours / minutes et 850 tours / minute tel que 200 tours / minute.

[0145] Selon un mode de réalisation, après mélange a) + b), ledit mélange est soumis à une étape de sonication, en particulier en mettant ledit mélange dans une cuve à ultrasons à haute ou basse fréquence, de préférence à des fréquences comprises entre 5 et 40 kHz. De préférence la durée de sonication est comprise entre 5 secondes et 1 heures, plus préférentiellement comprise entre 10 secondes et 30 minutes, encore plus préférentiellement entre 30 secondes et 10 minutes tel que 5 minutes. La température lors de

cette étape de sonication est comprise entre 0 °C et 90 °C, de préférence entre 5 °C et 30 °C.

- [0146] Selon un mode de réalisation, après mélange a) + b) on procède éventuellement à une sonication dudit mélange telle que définie précédemment ; puis à une étape de chauffage dudit mélange à une température supérieure à 20 °C, particulièrement supérieure à 30 °C, plus particulièrement à une température supérieure à 35 °C, encore plus particulièrement jusqu'à reflux du ou desdits solvants du système de solvants; de préférence ledit mélange est chauffé à une température comprise entre 40 °C et 100 °C. Préférentiellement le mélange a) + b), est chauffé pendant une durée comprise entre 5 minutes et 48 heures, particulièrement entre 30 minutes et 24 heures, plus particulièrement entre 1 heure et 12 heures, encore plus préférentiellement entre 2 heures et 5 heures.
- [0147] Le mélange a) + b) peut être maintenu sous agitation mécanique de préférence à une vitesse de rotation, en particulier comprise entre 10 tours / minute et 1200 tours / minute, en particulier entre 100 tours / minute et 900 tours / minute, encore plus particulièrement entre 200 tours / minute et 850 tours / minute tel que 200 tours / minute.
- [0148] Selon un mode de réalisation particulier, lors du chauffage du mélange, le réacteur dans lequel se trouve le mélange a) + b), comprend un système réfrigérant ou condenseur pour refroidir et condenser le ou les solvants du système de solvant(s) a). Plus préférentiellement le réacteur est un extracteur de type Soxhlet ou un réacteur muni d'une agitation mécanique et équipé d'un réfrigérant à eau ou à hélices, de préférence un réacteur muni d'une agitation mécanique et équipé d'un réfrigérant à eau ou à hélices. Dans ce dernier cas le système de solvant(s) est avantageusement porté à reflux du(des)dit(s) solvant(s) du système de solvant(s), comprenant au moins un solvant alcane tel que défini précédemment, à une température supérieure ou égale à 30 °C. Préférentiellement le mélange a) + b), est chauffé pendant une durée comprise entre 5 minutes et 48 heures, particulièrement entre 30 minutes et 24 heures, plus particulièrement entre 1 heure et 12 heures, encore plus préférentiellement entre 2 heures et 5 heures
- [0149] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, après l'étape de chauffage du mélange a) + b), le mélange est laissé revenir à température ambiante ou refroidi à température ambiante et est laissé, sous agitation mécanique tel que défini précédemment, ou pas, particulièrement entre 30 minutes et 48 heures, encore plus particulièrement entre 1 heure et 36 heures, mieux entre 2 heures et 24 heures.
- [0150] Plus particulièrement l'étape de mise en contact est une étape dite d' « extraction solide / liquide ».
- [0151] Suivant un mode de réalisation particulier, l'étape d'extraction solide / liquide est réalisée au moyen d'un extracteur de Soxhlet. Dans ce dernier cas le système de

solvants est avantageusement porté à reflux du ou desdits solvants du système de solvants, en particulier à une température supérieure ou égale à 30 °C,

- [0152] Suivant un mode de réalisation particulier, l'étape d'extraction solide / liquide est réalisée au moyen ou un réacteur muni d'une agitation mécanique et équipé d'un réfrigérant à eau ou à hélices. Dans ce dernier cas le système de solvants est avantageusement porté à reflux du ou desdits solvants du système de solvants, en particulier à une température supérieure ou égale à 30 °C.
- [0153] Selon une autre variante lorsque par exemple la ou les matières naturelles végétales sont des fleurs notamment les fleurs de jasmin, les fleurs de mimosa, ou les graines et/ou gousses de vanille notamment séchées de préférence séchées et broyées le système de solvants n'est pas porté à reflux, mais maintenu à une température inférieure ou égale d'au moins 1 à 5 °C du point d'ébullition du solvant comportant le plus bas point d'ébullition inférieure ou égale à 45 °C, telle que 40°C. L'étape de mise en contact et d'extraction solide / liquide est suivie d'une étape de récupération de l'extrait naturel de préférence végétal issue de la ou des matière(s) naturelle(s) de préférence végétale(s). Cette récupération peut être réalisée par filtration, distillation, ou avec un extracteur de type Soxhlet. Selon un mode de réalisation la récupération est réalisée par filtration par exemple sur papier.
- [0154] Le ou les solvant(s) du ou des extrait(s) peu(ven)t être retiré(s) par désolvantation. On peut par exemple citer comme procédé de désolvantation l'évaporation de solvant(s), de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour obtenir après séparation, extraction et évaporation du ou des solvant(s) une concrète de parfum.
- [0155] Selon une autre variante du procédé de l'invention, l'étape de récupération de l'extrait est réalisée par séparation de la ou des matière(s) naturelle(s) qui n'a(ont) pas été solubilisée(s) (également appelé précipité) de son surnageant comprenant la ou lesdits solvant(s). La séparation du précipité du ou des solvant(s) est réalisée par les méthodes classiques connues de l'homme du métier. On peut par exemple citer la méthode de filtration, ou la chromatographie. Le ou les solvant(s) peu(ven)t être retiré(s) du surnageant par désolvantation telle que définie précédemment, si besoin ledit surnageant désolvanté peut être purifié à nouveau par une ou des méthode(s) classique(s) de purification connue(s) de l'homme du métier. On peut par exemple citer la chromatographie, la distillation sous pression réduite ou pas, et/ou la recristallisation, pour obtenir une concrète. La concrète est plus ou moins visqueuse peut se présenter sous la forme d'un résidu cireux épais éventuellement colorée.
- [0156] Selon un mode de réalisation particulier le procédé de préparation de l'invention est un procédé de préparation d'une concrète de parfum mettant en œuvre :

- [0157] 1) au moins une étape de mise en contact :
- [0158] a) d'un premier système de solvants comprenant au moins un solvant comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment, notamment le ou les solvant(s) alcane est(sont) choisi(s) parmi les composés de formule **(I)** ainsi que ses isomères optiques tels que définis précédemment ; avec
- [0159] b) une ou plusieurs matière(s) naturelle(s) solide(s) choisie(s) parmi i) à x) telle(s) que définie(s) précédemment ; puis
- [0160] 2) le mélange a) + b) est éventuellement soumis à une étape de sonication, en particulier en mettant ledit mélange dans une cuve à ultrasons, de préférence la durée de sonication est comprise entre 5 secondes et 1 heures, plus préférentiellement comprise entre 10 secondes et 30 minutes, encore plus préférentiellement entre 30 secondes et 10 minutes tel que 5 minutes ;
- [0161] 3) suivie d'une étape de chauffage du mélange a) + b) à une température supérieure à 30 °C ;
- [0162] de préférence le réacteur dans lequel se trouve le mélange a) + b) comprend un système réfrigérant ou condenseur, plus préférentiellement le réacteur est un extracteur de type Soxhlet ou un appareil à distiller ; préférentiellement le mélange a) + b) est chauffé pendant une durée comprise entre 5 minutes et 48 heures, particulièrement entre 30 minutes et 24 heures, plus particulièrement entre 1 heure et 12 heures, encore plus préférentiellement entre 2 heures et 5 heures ;
- [0163] puis
- [0164] 4) le ou les solvant(s) de l'extrait est(sont) retiré(s) de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour conduire à la concrète ; ou alors
- [0165] la ou les matière(s) naturelle(s) qui n'a(ont) pas été solubilisée(s) est(sont) séparée(s) de son(leurs) surnageant(s), la séparation étant réalisée de préférence par filtration, ou par chromatographie, le ou les surnageant(s) peu(ven)t ensuite être séparé(s) et récupéré(s) et le ou des solvants du ou desdit(s) surnageant(s) est(sont) retiré(s) par évaporation de solvants tels que défini précédemment, pour conduire à la concrète.
- [0166] Selon un mode de réalisation préféré le procédé de préparation de l'invention est un procédé de préparation d'une concrète de parfum mettant en œuvre :
- [0167] 1) au moins une étape de mise en contact :
- [0168] a) d'un premier système de solvants comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel que défini précédemment, notamment le ou les solvant(s) alcane est(sont) choisi(s) parmi les composés de formule **(I)** ainsi que ses isomères optiques tels que définis précédemment ; avec
- [0169] b) une ou plusieurs matière(s) naturelle(s) solide(s) choisie(s) parmi i) à x) telle(s)

que définie(s) précédemment, de préférence v) ; puis

[0170] 2) le mélange a) + b) est éventuellement soumis à une étape de sonication, en particulier en mettant ledit mélange dans une cuve à ultrasons, de préférence la durée de sonication est comprise entre 5 secondes et 1 heures, plus préférentiellement comprise entre 10 secondes et 30 minutes, encore plus préférentiellement entre 30 secondes et 10 minutes tel que 5 minutes ;

[0171] 3) le système de solvants est maintenu à une température inférieure ou égale d'au moins 1 à 5 °C du point d'ébullition du solvant comportant le plus bas point d'ébullition, particulièrement à une température inférieure ou égale à 45 °C telle que 40°C et de préférence inférieure à la température d'ébullition du premier système de solvant a), étape de mise en contact et d'extraction solide / liquide est suivie d'une étape de récupération de l'extrait naturel de préférence végétal issue de la ou des matière(s) naturelle(s) de préférence végétale(s) ; cette récupération peut être réalisée par filtration, distillation, ou avec un extracteur de type Soxhlet, de préférence par filtration par exemple sur papier, préférentiellement le mélange a) + b) est maintenu à une température inférieure ou égale à 45 °C, pendant une durée comprise entre 5 minutes et 48 heures, particulièrement entre 30 minutes et 24 heures, plus particulièrement entre 1 heure et 12 heures, encore plus préférentiellement entre 2 heures et 5 heures ;

[0172] puis

[0173] 4) le ou les solvant(s) de l'extrait est(sont) retiré(s) de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour conduire à la concrète ; ou alors

[0174] la ou les matière(s) naturelle(s) qui n'a(ont) pas été solubilisée(s) est(sont) séparée(s) de son(leurs) surnageant(s), la séparation étant réalisée de préférence par filtration, ou par chromatographie, le ou les surnageant(s) peu(ven)t ensuite être séparé(s) et récupéré(s) et le ou des solvants du ou desdit(s) surnageant(s) est(sont) retiré(s) par évaporation de solvants tels que défini précédemment, pour conduire à la concrète.

[0175] La ou les concrètes obtenues avec le procédé de l'invention peu(ven)t être également utilisée(s) ou conditionnée(s) dans une cire ou dans un corps gras naturel.

[0176] *Le deuxième système de solvant(s)*

[0177] Selon une variante avantageuse dans le procédé de l'invention la concrète est mise en contact avec au moins un deuxième système de solvant(s) polaire(s) de préférence protique(s) polaire(s), comprenant au moins un solvant protique polaire, en particulier (C₂-C₆)alcanol « vert(s) » ou d'origine naturelle telle que du bioéthanol .

[0178] Selon un mode de réalisation de l'invention le deuxième système de solvant(s) comprend au moins un solvant protique polaire, en particulier choisi parmi les (C₂-C₆)alcanol « verts » ou d'origine naturelle tels que du bioéthanol en quantité représentant

au moins 10 % en volume par rapport au volume total du deuxième système de solvant, plus préférentiellement au moins 30 %, encore plus préférentiellement au moins 60 % de préférence au moins 80 %, mieux au moins 90 % en poids, encore mieux 100 % en poids par rapport au volume total du deuxième système de solvant. Lorsque le deuxième système de solvant comprend un mélange de solvant, de préférence le système de solvant comprend deux solvants et le solvant supplémentaire préféré est de même polarité que le premier solvant et il est miscible avec le premier solvant, plus particulièrement le deuxième solvant du deuxième système de solvant est de l'eau. De préférence il n'y a qu'un seul solvant dans le deuxième système de solvant qui est de l'éthanol, plus particulièrement du bioéthanol.

- [0179] Selon une variante avantageuse de l'invention une fois le deuxième système de solvant(s) polaire(s) protique(s) ajouté(s) sur la concrète, le mélange concrète + solvant(s) est maintenu à une température inférieure à 0 °C, plus préférentiellement inférieure ou égale à - 10 °C. Ensuite le culot est séparé du surnageant, de préférence par centrifugation, puis le ou les solvant(s) est(sont) évaporé(s) du surnageant de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour obtenir après séparation, et évaporation du ou des solvant(s) d'une absolue de parfum.
- [0180] Selon une autre variante l'étape de mise en contact de la concrète avec le deuxième système de solvant(s) peut être réalisée sous agitation ou non, de préférence sous agitation. La mise en contact de la concrète avec le deuxième système de solvant(s) peut être réalisée à une température comprise entre 10 °C et 37 °C tel que 20 °C, dans le système de solvant(s) tel que défini précédemment, ou à une température inférieure ou égale de 1 à 5 °C du point d'ébullition des solvants comportant le plus bas point d'ébullition, dans un ballon en verre ou en métal (inox), une cuve en verre ou en métal (inox) industrielle ou non, ou tout autre réacteur adapté à accueillir des solvants, matières naturelles et concrète.
- [0181] La durée de mise en contact de la concrète avec le deuxième système de solvant(s) est comprise de préférence entre quelques secondes à 2 jours, plus particulièrement entre 5 minutes et 24 heures, encore plus particulièrement entre 10 minutes et 12 heures, mieux entre 15 minutes et 2 heures.
- [0182] Selon un mode de réalisation particulier du procédé de l'invention, la mise en contact de la concrète avec le deuxième système de solvant(s) est suivie d'une étape de sonication, en particulier en mettant ledit mélange dans une cuve à ultra-sons. De préférence, la durée de sonication est comprise entre 5 secondes et 1 heure, plus préférentiellement comprise entre 10 secondes et 30 minutes, encore plus préférentiellement entre 30 secondes et 10 minutes tel que 5 minutes.
- [0183] Selon un mode de réalisation préférée, le mélange de la concrète et du deuxième

système de solvant(s) est maintenu à une température inférieure à 0 °C, plus préférentiellement inférieure ou égale à - 10 °C a une durée comprise entre 5 minutes et 48 heures, particulièrement entre 5 minutes et 24 heures, plus particulièrement entre 5 heure et 2 heures, encore plus préférentiellement entre 5 heures et 1 heure. Ensuite le culot est séparé du surnageant, de préférence par centrifugation, puis le ou les solvant(s) est(sont) évaporé(s) du surnageant de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour obtenir après séparation, et évaporation du ou des solvant(s) d'une absolue de parfum

- [0184] Selon une variante du procédé de l'invention, l'étape de récupération de l'absolue est réalisée par séparation du précipité de la concrète qui n'a pas été solubilisé dans le deuxième système de solvant(s), et de son surnageant comprenant la ou lesdits solvant(s) du deuxième système de solvant(s).
- [0185] La séparation du précipité de la concrète et du surnageant est réalisée par les méthodes classiques connues de l'homme du métier. On peut par exemple citer la méthode de filtration, ou la chromatographie.
- [0186] Le ou les solvant(s) du second système de solvant(s) peu(ven)t être retiré(s) du surnageant par désolvantation telle que définie précédemment, de préférence par évaporation sous pression réduite, si besoin ledit surnageant désolvanté peut être purifié à nouveau par méthode classique de purifications connue de l'homme du métier. On peut par exemple citer la chromatographie, la distillation sous pression réduite ou pas, et/ou la recristallisation, pour obtenir une absolue.
- [0187] Les absolues sont en général des matières visqueuses et huileuses éventuellement colorées.
- [0188] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, les concrètes et absolues, toutes deux obtenues par extraction totale de matière naturelle solide végétale et ne faisant l'objet d'aucune forme de distillation autre que l'élimination des solvants par désolvantation, sont des mélanges complexes contenant de nombreux types chimiques sur une large échelle de poids. Même si les matières volatiles ne comprennent qu'une très petite partie du total, les concrètes et absolues obtenues avec le procédé de l'invention ont des odeurs puissantes et contribuent aux parfums dans lesquels elles sont utilisées. De plus les odeurs sont rémanentes.
- [0189] *La composition:*
- [0190] Un autre objet de l'invention est une composition, notamment cosmétique, de préférence parfumante comprenant au moins une concrète et/ou au moins une absolue ; étant entendu que la ou lesdite(s) concrète(s) et/ou la ou lesdite(s) absolue(s) est(sont) obtenue(s) par le procédé de préparation tel que défini précédemment.
- [0191] Selon un mode de réalisation la composition de l'invention contient une ou plusieurs

concrète(s) obtenue(s) avec le procédé de préparation tel que défini précédemment.

[0192] Selon un mode de réalisation préféré la composition de l'invention contient une ou plusieurs absolue(s) obtenue(s) avec le procédé de préparation tel que défini précédemment.

[0193] Les compositions cosmétiques selon l'invention sont cosmétiquement acceptables i.e. elles ne comprennent uniquement que des ingrédients qui sont cosmétiques i.e. qui n'altèrent pas les matières kératiniques et qui conviennent à un usage cosmétique.

[0194] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention la composition est anhydre. Lorsque la composition est anhydre, généralement elle comprend un ou plusieurs corps gras, liquides à 25 °C et à pression atmosphérique, pâteux, ou sous forme de cires. Les corps gras, liquides, pâteux et cires sont plus particulièrement tels que définis ci-après.

[0195] Selon un autre mode de réalisation de l'invention la composition est aqueuse. Généralement les compositions de l'invention comprennent un support qui contient généralement de l'eau ou un mélange d'eau et d'un ou plusieurs solvants organiques ou un mélange de solvants organiques, de préférence le ou les solvants organiques sont « verts ».

[0196] *Les Solvants organiques :*

[0197] A titre de solvant organique, on peut par exemple citer les alcanols inférieurs en C₂-C₄, tels que l'éthanol et l'isopropanol ; les polyols et éthers de polyols comme le 2-butoxyéthanol, le propylèneglycol, le monométhyléther de propylèneglycol, le monoéthyléther et le monométhyléther du diéthylèneglycol, l'hexylène glycol, ainsi que les alcools aromatiques comme l'alcool benzylique ou le phénoxyéthanol.

[0198] Selon un mode de réalisation particulier la composition parfumante est aqueuse. Plus particulièrement il s'agit d'une composition hydroalcoolique comprenant des (C₂-C₄)alcanols plus particulièrement « verts », de préférence de l'éthanol plus préférentiellement « vert » tel que le bioéthanol. La quantité en solvant organique de préférence « verts » et notamment en (C₂-C₄)alcanols est de préférence comprise entre 1 % en poids et 80 % en poids, plus particulièrement entre 5 % et 50 %, préférentiellement entre 10 % et 30 % en poids par rapport au poids total de la composition parfumante.

[0199] Selon un mode particulier, les solvants organiques de préférence « verts » et notamment les (C₂-C₄)alcanols sont présents dans des proportions comprises entre 1 % et 40 % en poids environ par rapport au poids total de la composition, et encore plus préférentiellement entre 5 % et 30 % en poids environ.

[0200] *Les Adjuvants:*

[0201] La ou les compositions de l'invention peut également renfermer divers adjuvants utilisés classiquement dans les compositions cosmétiques, tels que des émulsionnants ou agents tensio-actifs anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères, zwitterioniques ou leurs mélanges, des polymères anioniques, cationiques, non-ioniques, am-

photères, zwitterioniques ou leurs mélanges, des agents épaississants minéraux ou organiques, et en particulier les épaississants associatifs polymères anioniques, cationiques, non ioniques et amphotères, des agents antioxydants, des agents de pénétration, des agents séquestrants, des parfums autres que ceux de la concrète ou absolue de l'invention, des anti-transpirants, des tampons, des agents dispersants, des agents de conditionnement, des agents filmogènes, des céramides, des agents conservateurs, des agents opacifiants, et des corps gras notamment des huiles.

- [0202] Les adjuvants ci-dessus sont en général présents en quantité comprise pour chacun d'eux entre 0,01 % et 40 % en poids par rapport au poids de la composition, de préférence entre 0,1 % et 20 % en poids par rapport au poids de la composition.
- [0203] Bien entendu, l'homme de l'art veillera à choisir ce ou ces éventuels composés complémentaires de manière telle que les propriétés avantageuses attachées intrinsèquement à la composition ou aux composition(s) utiles dans le procédé de parfumage ou traitement des matières kératiniques conforme à l'invention ne soient pas, ou substantiellement pas, altérées par la ou les adjonctions envisagées.
- [0204] Les compositions selon l'invention peuvent être conditionnées sous forme de flacons. Elles peuvent également être appliquées sous forme de fines particules au moyen de dispositifs de pressurisation. Les dispositifs conformes à l'invention sont bien connus de l'homme de l'art et comprennent les pompes non-aérosols ou "atomiseurs", les récipients aérosols comprenant un propulseur ainsi que les pompes aérosols utilisant l'air comprimé comme propulseur. Ces derniers sont décrits dans les brevets US 4,077,441 et US 4,850,517.
- [0205] Les compositions conditionnées en aérosol conformes à l'invention contiennent en général des agents propulseurs conventionnels tels que par exemple les composés hydrofluorés le dichlorodifluorométhane, le difluoroéthane, le diméthyléther, l'isobutane, le n-butane, le propane, le trichlorofluorométhane, de préférence l'isobutane, le n-butane, le propane.
- [0206] Les compositions selon l'invention peuvent se présenter sous toutes les formes galéniques classiquement utilisées pour une application topique et notamment sous forme de solutions aqueuse ou hydroalcooliques, d'émulsions huile-dans-eau (H/E) ou eau-dans-huile (E/H) ou multiple (triple : E/H/E ou H/E/H), de gels aqueux, de produits anhydres deshydratés comme des poudres parfumantes libres ou compactes, ou de dispersions d'une phase huileuse dans une phase aqueuse à l'aide de vésicules lipidiques de type ionique (liposomes) et/ou non ionique. Ces compositions sont préparées selon les méthodes usuelles.
- [0207] En outre, les compositions selon l'invention peuvent être plus ou moins fluides et avoir l'aspect d'un liquide, d'une crème, d'une pommade, d'un lait, d'une lotion, d'un sérum, d'une pâte, d'une mousse. Elles peuvent aussi se présenter sous forme solide, et

par exemple sous forme de stick.

[0208] Quand la composition selon l'invention comporte une phase huileuse, celle-ci contient de préférence au moins une huile, notamment une huile physiologiquement acceptable. Elle peut contenir d'autres corps gras que des huiles, notamment végétales, plus préférentiellement naturelles.

[0209] *Le procédé de traitement des matières kératiniques :*

[0210] De préférence le procédé de traitement des matières kératiniques de l'invention est un procédé de traitement des matières kératiniques humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, mettant en œuvre l'application d'une ou plusieurs concrète(s) et/ou d'une ou plusieurs absolue(s), par application de la ou des concrète(s) et/ou de la ou des absolue(s) obtenue(s) à partir du procédé de préparation tel que défini précédemment, étant entendu que la ou lesdite(s) concrète(s) et/ou la ou les absolue(s) peu(ven)t être contenue(s) dans une composition telle que définie précédemment.

[0211] Plus préférentiellement le procédé de traitement des matières kératiniques de l'invention est un procédé de traitement des matières kératiniques humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, mettant en œuvre l'application d'une ou plusieurs absolue(s) obtenue(s) à partir du procédé de préparation tel que défini précédemment, étant entendu que la ou les absolue(s) peu(ven)t être contenue(s) dans une composition telle que définie précédemment.

[0212] L'invention va maintenant être décrite en référence aux exemples suivants donnés à titre illustratif et non limitatif. Dans ces exemples, sauf indication contraire, les quantités sont exprimées en pourcentages pondéraux. On a réalisé les compositions parfumées suivantes ; les quantités sont indiquées en pourcentages en poids :

EXEMPLES

[0213] *Solvants*

[0214] L'éthanol désigne l'éthanol à 96 %.

[0215] La vanille, ou *Vanilla planifolia*, appartient à la famille des orchidacées.

[0216] Les fleurs, réunies en groupes de 8 à 10, ressemblent à celles de nombreuses orchidées. Elles sont parfumées et de couleur blanche ou vert jaune. La vanille fleurit en automne-hiver entre septembre et janvier, selon la zone de culture. Elle produit de longues tiges de fleurs violettes parfumées.

[0217] Le fruit mûr est totalement inodore, son odeur unique et précieuse s'acquiert après un processus de fermentation. Ce fruit précieux doit son odeur caractéristique au principe odorant appelé vanilline. Les fruits ou gousses seules sont utilisées pour l'extraction. La biomasse séchée, finement broyée avec un broyeur type broyeur IKA A 11 (taille de quelques millimètres), est prête à l'emploi puis mises en contact avec les différents solvants, avec un ratio 1:10 (1 g de biomasse sèche pour 10 mL de

solvant) dans un réacteur à double enveloppe RADLEYS® de 1L. Le milieu réactionnel hétérogène est ensuite mis sous agitation (6500 rpm) à température ambiante puis est porté à 50°C pendant 2 heures. On laisse ensuite le milieu réactionnel revenir à température ambiante.

Protocole expérimental 1 :

[0218] 20 g de gousses de vanille séchées sont préalablement broyées, mis dans un ballon de 500 ml. Le solvant d'extraction (180 g) est ensuite ajouté à la biomasse. Le ballon est ensuite disposé sur un système de type Rotavapor, le ballon plongeant dans le bain thermostaté à 20°C (TA). Ledit ballon est ensuite mis sous agitation (200 tours/min) pendant 2 heures. Le mélange est ensuite filtré sur filtre plissé puis le solvant est évaporé jusqu'à l'obtention d'un résidu coloré correspondant à la concrète. Ce dernier est ensuite repris à l'éthanol (30 ml) à froid afin de faire précipiter les cires. Après séparation de ces dernières à la centrifugeuse (3000 tours/min, 15 min à 19 °C), le surnageant est prélevé puis évaporé sous vide pour conduire à l'absolue.

Protocole expérimental 2 :

[0219] 20 g de gousses de vanille séchées sont préalablement broyées, mis dans un ballon de 500 ml. Le solvant d'extraction (180 g) est ensuite ajouté à la biomasse. Le ballon est ensuite disposé sur un système de type Rotavapor, le ballon plongeant dans le bain thermostaté à 40 °C. Le ballon est ensuite mis sous agitation (200 tours/min) pendant 2 heures. Le mélange est ensuite filtré sur filtre plissé puis le solvant est évaporé jusqu'à l'obtention d'un résidu coloré pour conduire à la concrète. Ce dernier est ensuite repris à l'éthanol (30 ml) à froid afin de faire précipiter les cires. Après séparation de ces dernières à la centrifugeuse (3000 tour/min, 15 min à 19 °C), le surnageant est prélevé puis évaporé sous vide poussé pour conduire à l'absolue.

[0220] La vanille, ou *Vanilla planifolia*, appartient à la famille des orchidacées. Les essais des exemples 1 à 7 ont été réalisés avec les solvants alcanes sur l'extrait de vanille (*vanilla patifolia*) selon les protocoles expérimentaux prot. 1 et prot. 2, les exemples 4 et 5 étant des exemples comparatifs avec les solvants comparatifs 1 et 2.

[0221] *Préparation de la matière naturelle solide :*

[Tableaux1]

| Ex. | Solvant | Nom | Prot. | Masse concrète | Masse absolue | Qtté MP diluée (30 % éthanol) |
|-----|---------|---------------------------------|-------|----------------|---------------|-------------------------------|
| 1 | 9) | Isododécane - N° CAS 31807-55-3 | 2 | 1,59 g | 0,99 g | 3,3 g |
| 2 | 1) | n-Octane - N° CAS 111-65-9 | 1 | 1,33 g | 1,19 g | 3,93 g |
| 3 | 1) | n-Octane - N° CAS 111-65-9 | 2 | 1,91 g | 1,05 g | 3,49 g |
| 4 | 2) | n-Nonane - N° CAS 111-84-2 | 1 | 1,28 g | 1,18 g | 3,92 g |
| 5 | 2) | n-Nonane - N° CAS 111-84-2 | 2 | 1,41 g | 1,34 g | 4,45 g |
| 6 | 3) | n-Décane - N° CAS 124-18-5 | 1 | 1,46 g | 0,81 g | 2,7 g |
| 7 | 3) | n-Décane - N° CAS 124-18-5 | 2 | 1,7 g | 0,96 g | 3,2 g |
| 8 | Comp.1 | n-Heptane | 1 | 0,6 g | 0,75 g | 2,5 g |
| 9 | Comp. 2 | n-Heptane | 2 | 1,04 g | 0,85 g | 2,38 g |

[0222] Les solvants comp.1 et comp. 2 sont des solvants hors invention comparatifs.

[0223] Il apparait que les concrètes et absolues obtenues avec le procédé selon l'invention ont un rendement équivalent voire plus élevé que celles obtenues avec les solvants hors invention. En outre les absolues de vanille obtenues avec les solvants de l'invention sont significativement meilleures que celles obtenues avec le n-heptane (plus fruitées, moins animales, plus gourmandes avec une note grillée avec l'absolue de l'invention), identique sur le plan olfactif au parfum de la matière première de départ vanille.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de préparation d'une concrète et/ou d'une absolue de parfum mettant en œuvre au moins une étape de mise en contact :

a) d'un premier système de solvants comprenant au moins un solvant alcane linéaire ou ramifié comprenant au moins 8 atomes de carbone ; avec :

b) une ou plusieurs matière(s) naturelle(s) solide(s) fraîche(s), flétrie(s) ou sèche(s) choisie(s) parmi :

i) les fleurs de rose (*Rosa plathyrhodon*, *Rosa hesperhodos*, *Rosa hulthemia* et *Rosa eurosa*), les fleurs de jasmin (*jasminum*), les fleurs de lavande, les fleurs de lavandin (*Lavandin stoechas*, *Lavandula hybrida*, *Lavandula augustifolia* anciennement officinalis et *Lavandula latifolia*), les fleurs d'oranger (*citrus sinensis* ou du bigaradier *citrus aurantium L*), les fleurs de tubéreuses (*Agave polianthes* ou *Polianthes tuberosa*), les fleurs d'ylang-ylang (*Cananga odorata*), fleurs de violette (*Viola odorata* var. *Victoria*), et les fleurs de mimosa (*fleur d'Acacia dealbata*, *Acacia decurrens*) ;

ii) les tiges et les feuilles de géranium (*Pelargonium*), les tiges et les feuilles de patchouli (*Pogostemon cablin* et *Pogostemon heyanus*) et les tiges et les feuilles de petit grain (*Citrus aurantium* plus particulièrement *Citrus aurantium ssp. amara*, ou *Citrus var. bigaradia*, ou *Citrus aurantium ssp. Aurantium*) ;

iii) les fruits choisis parmi l'anis (*Pimpinella Anisum*), la coriandre (*Coriandrum sativum*), le carvi (*Carvi*), le cumin (*Cuminum cyminum*) et le genévrier (*Juniperus.*) ;

iv) les agrumes tels que la bergamote (*Citrus bergamia*), les variétés de citron (*Citronella*, *Citrus limonum*), les variétés d'orange (*Citrus sinensis L.*), les variétés de mandarine (*Citrus reticulata*), les variétés de pamplemousse (*Citrus paradisi*) ;

v) les graines de macis (*Myristica fragrans*), les graines de l'angélique (*Angelica archangelica*), les graines de céleri (*Apium graveolens*) et les graines de cardamome (*Elettaria cardamumum*), les graines ou fèves de tonka (*Dipteryx odorata*), les gousses et/ou les graines de vanille (*Vanilla planifolia*); vi) les racines de l'angélique (*Angelica archangelica*), les racines du vétiver (*Vetiveria*) et les racines de l'iris ; vii) les bois de santal (*Santalum*), les bois de rose (*Aniba rosaeodora*), les bois de rose de cèdre (*Cedrus*) et les bois de gaïac (*Bulnesia sarmienti*,

Guaiacum officinale et *Guaiacum sanctum*);

viii) les herbes et graminées choisies parmi l'estragon (*Artemisia dracuncululus*), la citronnelle (*Cymbopogon*), la sauge (*Salvia*), la menthe (*Mentha*) et le thym (*Thymus*) ;

ix) les aiguilles et brindilles d'épinette, les aiguilles et brindilles d'épinette sapin (*Abies*), les aiguilles et brindilles d'épinette romarin (*Salvia rosmarinus* anciennement *Romarinus officinalis*), et les aiguilles et brindilles d'épinette pin (*Pinus*) ;

et

x) les résines et baumes dérivés de galbanum (*Ferula galbaniflua* ou *Ferula gummosa*), élémi (*Canarium*), benjoin (*Styrax*), myrrhe (*Commiphora myrrha* ou *Commiphora molmol* et *Commiphora opobalsamum*), et oliban (*Boswellia*) ;

étant entendu que les graines ou fèves v) peuvent se trouver avec ou sans coques, de préférence sans coques.

[Revendication 2]

Procédé selon la revendication précédente dans lequel le premier système de solvant a) comprend au moins un solvant alcane comprenant au plus 15 atomes de carbone, plus particulièrement comprenant de 8 à 12 atomes de carbone

[Revendication 3]

Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel le premier système de solvant a) comprend au moins un solvant alcane ayant un point d'ébullition à pression atmosphérique supérieur ou égal à 100 °C et particulièrement un point d'ébullition à pression atmosphérique inférieur ou égal à 200 °C, plus particulièrement compris entre 105 °C et 190 °C, encore plus préférentiellement entre 110 °C et 180 °C, mieux entre 120 °C et 175 °C.

[Revendication 4]

Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel le premier système de solvant a) comprend au moins un alcane choisi parmi ceux de formule (I) ainsi que leurs isomères optiques :



formule (I) dans laquelle :

- \mathbf{R}^1 et \mathbf{R}^4 , identiques ou différents, représentent un atome d'hydrogène ou un groupe ($\text{C}_1\text{-C}_4$) tel que méthyl ;
- \mathbf{R}^2 et \mathbf{R}^3 , identiques ou différents, représentant un atome d'hydrogène ou un groupe ($\text{C}_1\text{-C}_4$) alkyle tel que méthyle, de préférence un atome d'hydrogène ; et
- n représente un entier compris entre 1 et 15, particulièrement n

est compris entre 7 et 13 atomes de carbone, plus particulièrement n est compris entre 8 et 10,

étant entendu qu'au total le solvant comprend entre 8 atomes et 15 atomes de carbone, plus préférentiellement entre 9 atomes à 13 atomes de carbone, tel que 12 atomes de carbone.

[Revendication 5] Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel le premier système de solvant a) qui comprend : au moins un solvant alcane, choisi parmi :

1) Octane (N° CAS 111-65-9), 2) nonane (N° CAS 111-84-2), 3) décane (N° CAS 124-18-5), 4) undécane (N° CAS 1120-21-4), 5) dodécane (N° CAS 112-40-3), 6) tridécane (N° CAS 629-50-5), 7) tétradécane (N° CAS 629-59-4), 8) pentadécane (N° CAS 629-62-9), 9) isododécane (N° CAS 31807-55-3), 10) isohexadécane (N° CAS 43-04-9), 11) n-hexadécane, 12) n-octadécane, 13) n-nonadécane, 14) hémisqualane, 15) isodécane, 16) C₈-C₉ isoparaffine, et 17) C₁₁-C₁₃ isoparaffine ; particulièrement le premier système de solvant selon l'invention comprend au moins un solvant choisi parmi : 1), 2), 3), 4), 5), 9), 15), 16), et 17), plus particulièrement 1), 2), 3) et 9), plus préférentiellement 9) isododécane.

[Revendication 6] Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel le système de solvant(s) comprend au moins au moins 50 % en volume de solvant(s) alcane(s) tel(s) que défini(s) dans une quelconque des revendications précédentes par rapport au volume total du premier système de solvant ; plus préférentiellement au moins 60 % en volume par rapport au volume total du premier système de solvant, encore plus préférentiellement au moins 80 % en volume par rapport au volume total du premier système de solvant, mieux au moins 90 % en volume, encore mieux 100% par rapport au volume total du premier système de solvant.

[Revendication 7] Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel la ou les matière(s) naturelle(s) i) à x) a(ont) été broyée(s), particulièrement à l'aide d'un pilon et d'un mortier, d'un yagen, d'un broyeur planétaire, broyeur d'analyse notamment à couteaux, broyeur à couteaux ou à l'aide de broyeur/microniseur industriel ou « industrial crusher », de préférence de broyeur d'analyse notamment à couteaux, le ou lesdit(s) broyage(s) ayant été réalisé(s) avant la mise en contact avec

le premier système de solvant a) selon une quelconque des revendications 1 à 6, plus particulièrement le ou les broyage(s) est(sont) réalisé(s) à température ambiante (25 °C) ou à une température inférieure à 0 °C, particulièrement inférieure à – 10 °C, plus particulièrement inférieure à – 30 °C, encore plus particulièrement à une température inférieure à – 70 °C ; et le temps de broyage est particulièrement compris entre 1 seconde et 5 minutes avec un broyeur d'analyse notamment à couteaux, de préférence entre 10 secondes et 1 minute, plus préférentiellement entre 20 secondes et 40 secondes ; la taille de la poudre obtenue après broyage(s) est de préférence comprise entre 500 nm et 900 µm, plus particulièrement entre 100 nm et 500 µm ; plus préférentiellement la taille de la poudre obtenue après broyage(s) est de préférence comprise entre 500 nm et 100 µm, encore plus particulièrement entre 100 nm et 50 µm.

[Revendication 8]

Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel la ou les matière(s) naturelle(s) est(sont) choisie(s) parmi i) et v), particulièrement choisie(s) parmi v) les graines de macis, les graines de l'angélique, les graines de céleri et les graines de cardamome (*elettaria cardamumum*), les graines ou fèves de tonka, les gousses de vanille ou les graines de vanille, de préférence les gousses de vanille ou les graines de vanille, plus préférentiellement les gousses de vanilles notamment broyées.

[Revendication 9]

Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel la mise en contact est réalisée à température ambiante, sous agitation ou non, de préférence sous agitation, la ou les matière(s) naturelle(s) i) à x) tel(s) que défini(s) dans la revendication 1 et 8, est(sont) plus particulièrement laissée(s) à macérer ou infuser à une température comprise entre 10 °C et 40 °C, mieux entre 20 °C et 30 °C tel que 20 °C ou à une température inférieure ou égale de 1 °C à 5 °C du point d'ébullition des solvants comportant le plus bas point d'ébullition, dans le système de solvant(s) dans un ballon en verre ou en métal (inox), une cuve en verre ou en métal (inox), industrielle ou non, à simple ou double paroi, ou tout autre réacteur adapté à accueillir des solvants, matières naturelles et concrète, la durée de macération ou infusion du mélange a) + b) est comprise de préférence entre quelques secondes à une semaine, plus particulièrement entre 30 minutes et 48 heures, encore plus particulièrement entre 1 heure et 36 heures, mieux entre 2 heures et 24 heures, mieux entre 2 heures et 6 heures.

- [Revendication 10] Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel la mise en contact est une étape d'extraction solide / liquide.
- [Revendication 11] Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel le mélange a) + b), éventuellement soniqué, est chauffé à une température supérieure à 20 °C, particulièrement supérieure à 30 °C, et plus particulièrement supérieure à 35 °C à un point d'ébullition à pression atmosphérique inférieur ou égal à 230 °C, encore plus particulièrement jusqu'à reflux du ou desdits solvants du système de solvants; de préférence ledit mélange est chauffé à une température comprise entre 40 °C et 100 °C; préférentiellement le mélange a) + b), est chauffé pendant une durée comprise entre 5 minutes et 48 heures, particulièrement entre 30 minutes et 24 heures, plus particulièrement entre 1 heure et 12 heures, encore plus préférentiellement entre 2 heures et 5 heures.
- [Revendication 12] Procédé selon une quelconque des revendications précédentes dans lequel le réacteur dans lequel se trouve le mélange a) + b) comprend un système réfrigérant ou condenseur pour refroidir et condenser le ou les solvants du système de solvant(s) a), préférentiellement le réacteur est de type Soxhlet ou le réacteur est muni d'une agitation mécanique et équipé d'un réfrigérant à eau ou à hélices, le système de solvant(s) est avantageusement porté à reflux du ou desdit(s) solvant(s) du système de solvant(s) en particulier à une température supérieure ou égale à 30 °C ; puis la désolvantation du ou des extraits(s) naturels est réalisée par évaporation de solvant(s) de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour obtenir après séparation, extraction et évaporation du ou des solvant(s) d'une concrète de parfum.
- [Revendication 13] Procédé de préparation d'une concrète de parfum selon une quelconque des revendications 1 à 9 et 11 mettant en œuvre :
- 1) au moins une étape de mise en contact :
 - a) d'un premier système de solvant(s) tel(s) que défini(s) dans une quelconque des revendications 1 à 6 ; avec
 - b) une ou plusieurs matière(s) naturelle(s) solide(s) choisie(s) parmi i) à x) telle(s) que définie(s) dans une des revendications 1, 7 et 8 ; puis
 - 2) le mélange a) + b) est éventuellement soumis à une étape de sonication, en particulier en mettant ledit mélange dans une cuve à ultra son, de préférence la durée de sonication est comprise entre 5 secondes

et 1 heures, plus préférentiellement comprise entre 10 secondes et 30 minutes, encore plus préférentiellement entre 30 secondes et 10 minutes tel que 5 minutes ;

3) le système de solvants est maintenu à une température inférieure ou égale d'au moins 1 à 5 °C du point d'ébullition du solvant comportant le plus bas point d'ébullition, particulièrement à une température inférieure ou égale à 45 °C telle que 40°C, étape de mise en contact et d'extraction solide / liquide est suivie d'une étape de récupération de l'extrait naturel de préférence végétal issue de la ou des matière(s) naturelle(s) de préférence végétale(s) ; cette récupération peut être réalisée par filtration, distillation, ou avec un extracteur de type Soxhlet, de préférence par filtration par exemple sur papier préférentiellement le mélange a) + b) est maintenu à une température inférieure ou égale à 45 °C, pendant une durée comprise entre 5 minutes et 48 heures, particulièrement entre 30 minutes et 24 heures, plus particulièrement entre 1 heure et 12 heures, encore plus préférentiellement entre 2 heures et 5 heures ; 4) le ou les solvant(s) de l'extrait est(sont) retiré(s) de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour conduire à la concrète ; ou alors la ou les matière(s) naturelle(s) qui n'a(ont) pas été solubilisée(s) est(sont) séparée(s) de son(leurs) surnageant(s), la séparation étant réalisée de préférence par filtration, ou par chromatographie, le ou les surnageant(s) peu(ven)t ensuite être séparé(s) et récupéré(s) et le ou des solvants du ou desdit(s) surnageant(s) est(sont) retiré(s) par évaporation de solvants tels que défini précédemment, pour conduire à la concrète.

[Revendication 14]

Procédé selon la revendication 12 ou 13 dans lequel la concrète est mise en contact avec au moins un deuxième système de solvant(s) polaire(s) de préférence protique(s) polaire(s), comprenant au moins un solvant protique polaire, en particulier (C₂-C₆)alcanol vert(s) ou d'origine naturelle telle que du bioéthanol, de préférence en quantité représentant au moins 10 % en volume par rapport au volume total du deuxième système de solvant, plus préférentiellement au moins 30 %, encore plus préférentiellement au moins 60 % de préférence au moins 80 %, mieux au moins 90 % en poids, encore mieux 100% par rapport au volume total du deuxième système de solvant ; de préférence une fois le deuxième système de solvant(s) polaire(s) ajouté(s), le mélange concrète et solvant(s) est maintenu à une température inférieure à 0 °C, plus pré-

férentiellement inférieure ou égale à $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$, puis le culot est séparé du surnageant, de préférence par centrifugation, puis le ou les solvant(s) est(sont) évaporé(s) du surnageant de préférence sous vide, à l'aide par exemple d'un évaporateur rotatif associé à une pompe à vide, un évaporateur industriel, ou alors avec un appareil à distiller, pour obtenir après séparation, et évaporation du ou des solvant(s) d'une absolue de parfum.

[Revendication 15] Concrète obtenue par le procédé de préparation selon une quelconque des revendications 1 à 13.

[Revendication 16] Absolue obtenue par le procédé de préparation selon la revendication 14.

[Revendication 17] Composition comprenant :

- une ou plusieurs concrète(s) obtenue(s) par le procédé de préparation selon une quelconque des revendications 1 à 13, et/ou
- une ou plusieurs absolue(s) obtenue(s) par le procédé de préparation selon la revendication 14.

[Revendication 18] Procédé de traitement des matières kératiniques notamment humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, mettant en œuvre l'application de concrète(s) telle(s) que définie(s) dans la revendication 15 et/ou une ou plusieurs absolue(s) telle(s) que définie(s) dans la revendication 16, par application de la concrète et/ou de l'absolue, étant entendu que la concrète et/ou l'absolue peu(ven)t être contenue(s) une composition telle que définie dans la revendication 17.

[Revendication 19] Procédé de parfumage :

- des matières kératiniques notamment humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux,
 - des matières textiles telles que les matières naturelles, comme le coton, le lin, la soie et la laine, ou les matières synthétiques comme les polyamides tels que le nylon, les polyesters, les acryliques, les élasthannes,
 - de bois,
 - de papier, et/ou
 - d'articles en cuir tels que les chaussures, les gants,
- mettant en œuvre une ou plusieurs concrète(s) telle(s) que définie(s) dans la revendication 15 et/ou une ou plusieurs absolue(s) telle(s) que définie(s) dans la revendication 16, par application ou pulvérisation de

la ou des concrète(s) et/ou de la ou des absolue(s) sur le ou les textiles, ou dans l'air ambiant étant entendu que la concrète et/ou l'absolue peu(ven)t être contenue(s) une composition telle que définie dans la revendication 17.

[Revendication 20] Utilisation d'un système de solvant(s) a) comprenant au moins un solvant alcane comprenant au moins 8 atomes de carbone tel(s) que défini(s) dans la revendication 1 à 6, pour extraire une concrète et/ou une absolue à partir de matière(s) naturelle(s) solide(s) i) à x) b) telle(s) que définie(s) dans une quelconque des revendications 1, 7 ou 8, sans déplorer d'odeur d'éther de pétrole.

[Revendication 21] Utilisation d'une ou plusieurs concrète(s) telle(s) que définie(s) dans la revendication 15 et/ou d'une ou plusieurs absolue(s) telle(s) que définie(s) dans la revendication 16 pour le parfumage :

- des matières kératiniques notamment humaines telles que la peau, ou les fibres kératiniques humaines telles que les cheveux,
- des matières textiles telles que les matières naturelles, comme le coton, le lin, la soie et la laine, ou les matières synthétiques comme les polyamides tels que le nylon, les polyesters, les acryliques, les élasthanes,
- de bois,
- de papier,
- d'articles en cuir tels que les chaussures, les gants, et/ou
- de l'atmosphère ii) parfums d'ambiances, parfums d'armoires,

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

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

FA 908702
FR 2203644

| 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 | <p>EP 2 295 026 A1 (OREAL [FR]) 16 mars 2011 (2011-03-16)</p> <p>* alinéas [0001], [0002] *</p> <p>* alinéas [0014] - [0016] *</p> <p>* alinéas [0018] - [0021], [0026] *</p> <p>* alinéas [0051] - [0060] *</p> <p>-----</p> | 1-21 | <p>C11B9/02 B01D11/02 A61K8/9794 C07C9/14 A61Q13/00</p> |
| X | <p>US 2019/090522 A1 (GLISOVIC ANJA [DE] ET AL) 28 mars 2019 (2019-03-28)</p> <p>* alinéas [0002], [0007] *</p> <p>* alinéas [0034] - [0042] *</p> <p>* alinéas [0059], [0060], [0064] *</p> <p>* alinéas [0071], [0072] *</p> <p>* alinéas [0081] - [0084] *</p> <p>* exemples 1-4 *</p> <p>-----</p> | 1-21 | <p>DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)</p> <p>C11B A23L A61K</p> |
| X | <p>US 2018/305638 A1 (BRUENING REIMAR C [US]) 25 octobre 2018 (2018-10-25)</p> <p>* alinéa [0023] *</p> <p>* alinéas [0030] - [0032] *</p> <p>* alinéas [0039] - [0044] *</p> <p>* exemples 1-2 *</p> <p>-----</p> | 1-21 | |
| Date d'achèvement de la recherche | | Examineur | |
| 5 janvier 2023 | | Vermeulen, Stéphane | |
| <p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>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</p> <p>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</p> | | | |

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2203644 FA 908702**

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 **05-01-2023**
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 2295026 A1 | 16-03-2011 | EP 2295026 A1 | 16-03-2011 |
| | | FR 2949343 A1 | 04-03-2011 |
| ----- | | | |
| US 2019090522 A1 | 28-03-2019 | CN 109072127 A | 21-12-2018 |
| | | DE 102016206677 A1 | 26-10-2017 |
| | | EP 3445839 A1 | 27-02-2019 |
| | | US 2019090522 A1 | 28-03-2019 |
| | | WO 2017182552 A1 | 26-10-2017 |
| ----- | | | |
| US 2018305638 A1 | 25-10-2018 | AUCUN | |
| ----- | | | |