

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 10062

(54) Nouveau procédé d'émulsion et de stabilisation des essences d'anis, de l'anéthol et des huiles essentielles ou matières grasses en milieu aqueux.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 11 B 9/00; A 23 L 1/222, 2/26; A 61 K 7/46.

(22) Date de dépôt..... 20 mai 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Grand-Duché de Luxembourg, 30 mai 1980, n° 82.495.*

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 49 du 4-12-1981.

(71) Déposant : VOISIN Max, résidant en France.

(72) Invention de : Max Voisin.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Bureau D. A. Casalonga, Office Josse et Petit,
8, av. Percier, 75008 Paris.

Nouveau procédé d'émulsion et de stabilisation des essences d'anis de l'anéthol et des huiles essentielles ou matières grasses en milieu aqueux.

La présente invention concerne de nouvelles émulsions aqueuses stables d'huiles essentielles et le procédé permettant l'obtention de ces émulsions.

Les émulsions stables d'huiles essentielles sont généralement difficile à obtenir et ne sont considérées comme possibles que dans certains solvants organiques polaires tels que les alcools par exemple. Par contre, les émulsions aqueuses stables et concentrées d'huiles essentielles ne sont pas connues.

La présente invention vise de telles émulsions.

La présente invention vise également un procédé pour la préparation de telles émulsions.

Le procédé selon l'invention consiste essentiellement en ce que :

- dans une première étape on mélange environ 50 à environ 100 parties en poids de la ou des huiles essentielles que l'on veut émulsifier et de 1 à 10% en poids, (0,5 à 10 parties) par rapport à l'huile essentielle utilisée, d'un émulsifiant convenablement choisi,

- dans une deuxième étape on admet dans de l'eau la quantité voulue, soit environ 0,8 à 2 parties en poids pour 100 parties d'eau, du mélange obtenu dans l'étape précédente et on soumet le mélange aqueux à une agitation intense jusqu'à réalisation de l'émulsion.

Selon une variante du procédé, il est possible d'incorporer environ 50 à environ 100 parties en poids de la ou des huiles essentielles, au préalable dans environ 100 parties de gomme végétale ainsi que 1 à 10 pourcent par rapport à l'huile essentielle de l'émulsifiant.

Pour les cas où la réalisation d'une émulsion stable est particulièrement difficile, il est possible de compléter l'agitation intense de la suspension par un traitement aux ultrasons.

Par émulsion stable on entend une émulsion qui ne se casse pas ou ne décante pas pendant des durées de plusieurs semaines ou de plusieurs mois.

Par émulsion aqueuse on entend une émulsion dans laquelle la phase continue est constituée pour l'essentiel (à au moins 95% par exemple) par de l'eau.

La gomme végétale utilisable selon l'invention peut être par exemple de la gomme adragante, de la gomme arabique ou ses diverses variétés telles que les gomme du Sénégal, de Bassorah, de Galam, de Kordofan, de Tragasol, de la gomme de caroubier, de l'agar-agar, des alginates, de la Karragheen, cette énumération n'étant pas limitative.

Les huiles essentielles utilisables conformément à l'invention sont choisies parmi les huiles essentielles à usage alimentaire ou de parfumerie suivant l'utilisation envisagée. On peut citer à cet effet l'essence d'anis, l'essence d'orange, l'essence de citron, l'essence de mandarine, l'essence de bergamote, l'essence de genièvre, l'essence de pamplemousse, l'essence de citronnelle, l'essence de gingembre, l'essence de cannelle, l'essence de muscade, l'essence d'amande amère, l'essence de girofle, l'essence de néroli, l'essence de rose, l'essence de macis, l'essence de cardamome, l'essence de petit grain, l'essence de coriandre, l'essence de calamus aromaticus, l'essence de lavande.

Des résultats particulièrement intéressants et remarquables ont été obtenus avec l'anéthol ou les essences d'anis.

Les quantités relatives d'huiles essentielles et d'émulsifiant sont environ de 50 g à 100 g d'huile essentielle pour 1 à 10 g d'émulsifiant.

Les quantités relatives d'huiles essentielles et de gomme lorsqu'elle est utilisée sont d'environ 50 à environ 100 g d'huile pour 100 g de gomme.

Une quantité insuffisante d'huile aurait généralement pour effet de donner une émulsion présentant des propriétés peu intéressantes et une quantité trop importante d'huile aurait pour résultat de donner des émulsions non stables. Il est bien évident que les quantités relatives optimales

d'huiles, d'émulsifiant et éventuellement de gomme dépendent des produits utilisés et des propriétés recherchées dans l'émulsion finale.

Les émulsifiants sont choisis parmi les émulsifiants acceptables sur le plan alimentaire. On peut citer en particulier les sucroglycérides, tel que par exemple des diesters d'acides gras C_{16} - C_{18} du saccharose, les sucroesters, les lécithines, les sels de sodium, de potassium, de calcium des acides gras alimentaires, les esters polyglycériques des acides gras alimentaires non polymérisés, les monoesters des propylène-glycols, l'acide stéaryl-2-lactylique et ses sels de sodium et de calcium, le tartrate de stéaroyle, les mono-et diglycérides d'acides gras alimentaires.

Dans l'application cosmétique, il est naturellement possible d'utiliser les émulsifiants sus-nommés ainsi que tout autre émulsifiant acceptable sur le plan cosmétique.

Parmi les différents émulsifiants ceux qui sont particulièrement préférés sont choisis parmi la lécithine dont les impuretés et éléments indésirables ont été enlevés selon des procédés connus, et de préférence un mélange de lécithine et d'un sel, connu pour ses propriétés émulsifiantes, d'un acide gras tel que l'acide palmitique, oléique ou stéarique ou un mélange de ces acides, le monoester de propylène glycol, le diglycéride d'acide palmitique, le stéarate de glycérol et de façon générale les sucroglycérides. Les pourcentages d'agent émulsifiant à utiliser sont d'environ 1 à environ 10% en poids par rapport au poids des huiles essentielles; bien évidemment la quantité optimale de cet agent émulsifiant dépendra de l'huile essentielle à émulsifier. Les sucroglycérides sont particulièrement préférés.

Dans la première étape du procédé, et lorsqu'on incorpore l'huile essentielle dans la gomme, on opère selon des procédés connus par exemple en travaillant la gomme, en présence d'huile, dans des mélangeurs-pétrisseurs. L'eau dans laquelle l'huile et l'émulsifiant, et éventuellement la gomme est introduite est généralement de l'eau ordinaire ou de l'eau permutée. Cette eau peut être pure ou comporter déjà certains produits

solubles ayant pour objet de modifier certaines propriétés (par exemple le goût) de l'émulsion finale tel que par exemple l'oléorésine de vanille, la glycyrrhizine.

Il est également possible de rajouter notamment dans le cas des boissons anisées un additif dit "antigel" permettant d'éviter la formation de cristaux en cas de baisse de température.

En effet, l'anéthol ou les essences d'anis ont un point de congélation de 16°C à 18°C suivant la pureté.

L'addition d'un additif dit "antigel" qui fait l'objet de la demande de brevet luxembourgeois n° 82480 du 22 mai 1980 permet d'abaisser les points de congélation jusqu'à -4°C.

Un tel additif antigel peut être utilisé conformément à l'invention dans des proportions de 29 à 50% en poids par rapport au poids d'anéthol.

Un tel additif est constitué notamment comme cela est décrit plus en détail dans la demande luxembourgeoise précitée par des produits naturels du groupes des terpènes et sesquiterpènes, des aldéhydes et des cétones tel que le terpène d'orange ou le limonène désodorisé à l'aide de charbon végétal, et déciré à l'aide de carbonate de magnésium.

Cet additif est ajouté à l'anéthol avec lequel il est miscible avant l'émulsification et ne modifie pas le processus de fabrication.

Les durées pendant lesquelles "l'agitation intense" est réalisée au cours de la deuxième étape ou pendant laquelle le "traitement aux ultrasons" de l'émulsion est effectué, dépendent du matériel utilisé et des difficultés rencontrées pour réaliser l'émulsion; en première approximation on peut admettre que l'agitation intense est réalisée pendant une durée de l'ordre de 5 à 20 minutes et que les ultrasons sont appliqués pendant une durée de l'ordre de 10 à 30 minutes.

Le procédé selon l'invention est applicable dans de nombreux domaines et notamment en cosmétique et en alimentation (boissons).

Dans le domaine de la cosmétique, il permet la fabrication de parfums à haute concentration en huiles essentielles

telles qu'eaux de toilette ou eaux de Cologne à base aqueuse de grande qualité.

Dans le domaine des boissons, il permet la fabrication de boissons sans alcool parfaitement aromatisées aux huiles essentielles (anis, menthe) les émulsions obtenues étant suffisamment concentrées pour pouvoir être avantageusement diluées avec de l'eau lors de l'usage.

Il permet également de fabriquer des boissons hygiéniques gazeuses ou sucrées, ou les deux, l'usage de ces extraits pouvant, par ailleurs, être appliqué à des branches très variées des industries alimentaires.

Le procédé permet d'obtenir par exemple un anis sans alcool bénéficiant de toutes les qualités gustatives des anis alcooliques, sans en présenter les inconvénients physiologiques. Cette boisson se présente dans ce cas sous forme de produit laiteux qui le distingue des boissons alcoolisées bien connues à base d'anis.

Les émulsions obtenues selon ce procédé présentent notamment les avantages suivants :

1. Stabilité parfaite dans le temps,
2. conformité avec les lois et règlements en vigueur, particulièrement avec les normes du service de répression des fraudes,
3. développement et exaltation des arômes, franchise et pureté du goût,
4. composées de produits naturels et exemptes de colorants et de sucre, elles peuvent répondre aux demandes de l'industrie alimentaire diététique et être consommées par les diabétiques.

Les exemples suivants non limitatifs sont destinés à illustrer l'invention.

EXEMPLE 1

On prépare une émulsion stable concentrée d'anis dans de l'eau.

On incorpore par malaxage, dans 500 g de gomme arabique, 200 g d'huile essentielle d'anis et 20 g de lécithine. On ajoute à 99 litres d'eau, contenant 50 g de glycyrrhizza, la gomme obtenue dans l'opération précédente et on agite violemment ce mélange à l'aide d'un mélangeur ("Mixer") dont l'agitateur tourne à 1500 tr/min; au bout de 10 minutes environ, on obtient une émulsion dont la stabilité est supérieure à 1 an.

Si on soumet cette émulsion à l'action d'ultrasons pendant environ 20 minutes, la stabilité dans le temps est encore améliorée.

On a repris l'essai ci-dessus mais en incorporant 350 g d'huile essentielle d'anis dans 500 g de gomme adragante et en utilisant comme émulsifiant un mélange de 15 g de lécithine et de 10 g de stéarate de sodium; on obtient une émulsion parfaitement stable.

EXEMPLE 2

On prépare l'émulsion suivante :

Pour 100 litres :

Anéthol	200 g
Additif antigel naturel (limonène désodorisé et déciré)	1000 cc
Extrait de réglisse	100 g
Gomme arabique	500 g
Lécithine	20 g
Eau	99 litres.

Les produits sont incorporés selon le procédé décrit dans l'exemple 1 dans un émulseur tournant à 1500 tr/mn pendant 10 minutes, ensuite soumis à l'action d'ultrasons pendant 20 minutes.

Le point de congélation de la boisson anisée sans alcool ainsi fabriquée a été abaissée à + 2°C.

EXEMPLE 3

On prépare l'émulsion suivante :

a) pour 100 litres :

Essence de citron	50 g
Essence d'orange	100 g
oléorésine de vanille	50 g
Monoester de propylène-glycol	150 g
Sucre	12 kg
Eau	85 l
Gomme arabique purifiée	100 g

EXEMPLE 4

On prépare l'émulsion suivante :

Essence de genièvre	50 g
Essence de citron	50 g
Essence de bergamote	25 g
Essence de mandarine	25 g
Diglycéride d'acide palmitique	150 g
Sucre	12 kg
Eau	85 l
Gomme adragante	100 g.

EXEMPLE 5

On prépare l'émulsion suivante :

Pour 100 litres :

Essence d'anis	200 g
Antigel naturel (de l'exemple 2)	100 g
Gomme arabique purifiée	100 g
Stéarate de glycérol	150 g
Glycyrrhizine	50 g
Eau	99,500 l

Point de congélation de l'essence d'anis = + 2°C.

EXEMPLE 6

On prépare l'émulsion suivante :

Pour 100 litres :

Essence d'anis	200 g
Antigel naturel (de l'exemple 2)	100 g
Dioléate de saccharose	150 g

Glycyrrhizine	50 g
Eau q.s.p.	100 l

Cette composition est parfaitement stable dans le temps
et est utilisée comme boisson.

REVENDICATIONS

1. Emulsions stables d'huiles essentielles, caractérisées en ce qu'elles comportent au moins :

50 à 100 parties d'huiles essentielles,

0,5 à 10 parties d'au moins un agent émulsifiant, et de l'eau.

2. Emulsion selon la revendication 1, caractérisée par le fait qu'elle comporte en plus environ 100 parties de gomme végétale.

3. Emulsions selon la revendication 1 ou 2, caractérisées en ce que l'ensemble émulsifié à savoir les huiles, l'agent émulsifiant et éventuellement la gomme représentent de 0,8 à 2 parties pour 100 parties d'eau.

4. Emulsions selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisées en ce que la gomme est choisie parmi la gomme adragante, la gomme arabique ou les diverses variétés de gomme arabique, la gomme de caroubier, l'agar-agar, les alginates et la Karragheen.

5. Emulsions selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisées en ce que l'agent émulsifiant est de la lécithine.

6. Emulsions selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisées en ce que l'agent émulsifiant comporte un sel d'un acide gras.

7. Emulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que l'agent émulsifiant est un sucroglycéride.

8. Emulsions selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisées en ce que l'huile essentielle est une huile essentielle d'anis et se présente sous forme d'un produit laiteux.

9. Emulsion selon la revendication 8, caractérisée par le fait qu'elle contient un additif "antigel" naturel à base de produits naturels désodorisés et déciré, permettant d'abaisser le point de congélation de l'émulsion.

10. Procédé de préparation des émulsions selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce

que, dans une première étape, on mélange environ 50 à environ 100 parties en poids, de la ou des huiles que l'on veut émulsifier et de 1 à 10% en poids, par rapport à l'huile, d'au moins un émulsifiant, et dans une deuxième étape, on admet dans de l'eau de 0,8 à 2 parties en poids pour 100 parties d'eau, du mélange obtenu dans l'étape précédente et on soumet le mélange aqueux ainsi obtenu à une agitation intense jusqu'à réalisation de l'émulsion.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le procédé est complété en soumettant l'émulsion obtenue à un traitement par ultrasons.

12. Procédé selon la revendication 10, caractérisé par le fait que l'on incorpore ladite huile essentielle dans environ 100 parties de gomme végétale et 1 à 10% par rapport à l'huile essentielle d'émulsifiant.