

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

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

**2 482 977**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 81 10061**

- 
- (54) Procédé d'abaissement du point de congélation des essences d'anis et de l'anéthol par des produits naturels.
- (51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 11 B 9/00; A 23 L 2/38; C 12 G 3/06.
- (22) Date de dépôt ..... 20 mai 1981.
- (33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Grand-Duché de Luxembourg, 22 mai 1980, n° 82480.*

- 
- (41) Date de la mise à la disposition du public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 48 du 27-11-1981.

- 
- (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.
-

Procédé d'abaissement du point de congélation des essences d'anis et de l'anéthol par des produits naturels.

Depuis longtemps les chimistes ont recherché des moyens permettant d'abaisser le point de congélation des essences d'anis ou de l'anéthol avec des produits naturels. Le point de congélation de ces produits varie entre 16 et 18°C suivant la qualité des produits.

De graves inconvénients résultent pour le fabricant de boissons anisées et pour les consommateurs. Dès que le froid apparaît de multiples précautions doivent être prises pour éviter la congélation de l'anéthol sous forme de paillettes flottant au milieu du liquide :

- pour les fabricants, camions de livraison isotherme, cartons d'emballage spéciaux et coûteux, stockage dans des locaux chauffés à 20°C.

- pour le commerce de détail et les ménagères, l'inconvénient reste de même et la refusion des paillettes gelées d'anéthol dans le milieu alcoolique ou aqueux pose des problèmes que beaucoup d'utilisateurs résolvent difficilement ou ne résolvent pas du tout.

Le but recherché par l'inventeur était, non pas d'utiliser un produit chimique qui fait perdre à la boisson sa qualité de produit naturel mais au contraire de découvrir un ou des produits naturels susceptibles d'abaisser le point de congélation de l'anéthol jusqu'aux environs de -4°C et, chose très importante, sans en altérer le goût.

La présente invention est basée sur la découverte et la mise au point après de longues études et d'innombrables produits étudiés et testés, de plusieurs groupes de produits naturels permettant d'abaisser le point de congélation de l'anéthol.

Le procédé faisant l'objet de l'invention est essentiellement caractérisé par le fait que l'on mélange à l'anéthol un produit naturel soluble ou miscible dans l'anéthol et dans les écoles acceptables sur le plan alimentaire ayant un point de fusion très bas de l'ordre de -20°C dans des proportions

suffisantes pour abaisser le point de congélation de l'anéthol sans conférer au produit un aspect différent ou d'en altérer le goût.

Les produits naturels plus particulièrement utilisables selon l'invention sont choisis dans les groupes des terpènes et sesquiterpènes tels que par exemple le pinène, le dispensène, le limonène, le phellandrène, etc.. dans les groupes des aldéhydes tels que le citral, le citronellol, etc... dans le groupe des cétones telles que par exemple l'irone, la carvone, la pulégone, le thuyone, etc...

Ce choix n'est pas limitatif et tout produit appartenant à ces groupes ou à un autre groupe convenant sur le plan alimentaire et permettant d'abaisser le point de congélation de l'anéthol est visé.

Des produits plus particulièrement préférés selon l'invention sont constitués par le terpène d'orange et le limonène.

Ces différents produits s'ils existaient depuis longtemps dans la nature n'avaient cependant jamais été utilisés dans ce but car leur propriété et leur composition les écartaient à priori de l'utilisation envisagée selon la présente invention.

En effet, ces produits sont connus pour être très odoriférants ce qui lors de leur utilisation pouvait amener à la boisson anisée un goût étranger à celui recherché. Par ailleurs, ces produits comportent souvent des cires qui auraient conduits au louchissement de la composition ce qui est également un inconvénient pour le consommateur.

Le demandeur a découvert maintenant qu'il était possible d'utiliser ces produits naturels et plus particulièrement le limonène et le terpène d'orange en procédant dans un premier temps à une désodorisation à l'aide de charbons végétaux activés.

On utilise à cet effet 20 à 40 g par litre de charbon activé par litre de produit suivant la qualité et la force adsorbante d'odeur du charbon utilisé.

C'est ainsi que l'on arrive à éliminer les odeurs des substances traitées et donc à ne pas altérer le goût des boissons anisées dans l'utilisation conforme à l'invention.

Il est bien entendu que d'autres méthodes de désodorisation peuvent être utilisées tels que jet de vapeur, rectification..

La seconde phase de traitement a été de soumettre les produits utilisables conformément à l'invention à un procédé de décirage. A cette fin, on mélange les produits tels que le limonène ou le terpène d'orange à du carbonate de magnésie après avoir mis en solution dans de l'alcool à 90° à raison de 25 à 40 g de carbonate de magnésie par litre.

Le mélange est porté à une température allant de 0 à plus de 2°C afin de provoquer la précipitation des produits cireux ou indésirables puis le tout est filtré.

On constate que les produits ainsi traités ne provoquent plus de louchissement dans les boissons anisées alcooliques à 45° qui restent parfaitement limpides.

Les produits conformes à l'invention doivent également présenter un point de congélation qui est d'environ -21° à -23°C à l'état pur et être utilisé dans des proportions de façon à avoir un point de congélation d'un mélange comprenant une partie d'additif et une partie d'anéthol de l'ordre de -4 à -6°C.

Les procédés de désodorisation et de décirage utilisés conformément à l'invention peuvent également être appliqués sur la solution alcoolique contenant l'additif naturel auquel cas on abaisse la température à environ + 2°C et après filtration la solution traitée est prête à l'emploi.

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

#### EXEMPLE 1

Fabrication d'un additif "antigel naturel". On prépare le mélange suivant :

Alcool à 90° (éthanol)	900cc
Limonène D	100 cc
Charbon végétal activé	30 g
Carbonate de magnésie	30 g

On abaisse la température du mélange à + 2°C et ensuite on procède à la filtration. La solution résultant est prête à l'emploi.

EXAMPLE 2

On utilise dans ce cas une solution de terpène d'orange qui désodorisée et décirée dans de l'alcool à 90°C. On prépare la composition suivante :

Alcool à 90° (éthanol) 900 cc

Terpène d'orange 100 cc

Charbon végétal activé 30 g

Carbonate de magnésie 30 g

La température du mélange est abaissée à environ + 2°C, filtré, et la solution est prête à l'emploi.

EXAMPLE 3

On mélange 500 g d'anéthol à 500 g de limonène D traité avec du charbon végétal activé et du carbonate de magnésie comme indiqué dans l'exemple 1. Le mélange ainsi obtenu a un point de congélation de -4°C.

EXAMPLE 4

On prépare un mélange comprenant 666 g d'anéthol et 334 g de terpène d'orange traité avec du charbon végétal activé et du carbonate de magnésie comme indiqué dans l'exemple 2. Le point de congélation de ce mélange est de + 2°C.

EXAMPLE 5

Fabrication d'une boisson anisée à 45° d'alcool.

On mélange les produits suivants :

Anéthol 2 g

Extrait de réglisse 1 g

Limonène désodorisé/déciré 20 cc

Alcool à 90° (éthanol) 500 cc

Eau 500 cc

L'anéthol puis l'additif à base de limonène sont dissous dans l'alcool à 90°. L'extrait de réglisse est ensuite dissous dans l'eau et les deux liquides sont mélangés. Le point de congélation de la composition selon cet exemple est de -4°C.

EXAMPLE 6

Fabrication d'une boisson anisée non alcoolique. On prépare la composition suivante pour 1 litre :

Anéthol 2 g

Extrait de réglisse	1 g
Additif à base de terpène	
d'orange désodorisé et déciré comme	
décrit dans l'exemple 2	10 cc
Gomme arabique modifiée	10 g
Eau	1000 cc.

On dissout tout d'abord dans l'eau la gomme arabique puis on introduit l'anéthol et ensuite le terpène orange et enfin l'extrait de réglisse. Les dissolutions et l'émulsification se font dans un dispositif émulsionnant tournant à 3000 t/mn. Le point de congélation est de +2°C.

#### EXEMPLE 7

On prépare la composition suivante pour 100 litres :

Essence d'anis ou anéthol	200 g
Limonène désodorisé et déciré	200 g
Glycyrhizine	50 g
Caramel	100 g
Alcool à 45° (éthanol)	100 litres.

Le point de congélation de cette composition est de -4, -5°C.

REVENDICATIONS

1. Procédé d'abaissement du point de congélation d'essence d'anis et d'anéthol caractérisé par le fait que l'on utilise un produit naturel soluble, miscible dans l'anéthol et dans les alcools acceptables sur le plan alimentaire ayant un point de fusion très bas dans des proportions suffisantes pour abaisser le point de congélation de l'anéthol, ce produit étant désodorisé et déciré.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que ledit produit naturel a un point de fusion aux environs de -20°C et qu'il est utilisé dans des proportions permettant d'abaisser le point de congélation de l'anéthol à environ -4°C.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que le produit naturel est choisi parmi les terpènes, les sesquiterpènes, les aldéhydes et les cétones.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendication 1 à 3, caractérisé par le fait que le produit naturel est caractérisé par le terpène d'orange et/ou le limonène.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que le produit naturel est désodorisé par passage sur charbon actif, jet de vapeur rectification.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que le produit naturel ou la solution alcoolique est décirée par addition de carbonate de magnésie.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé par le fait que l'on dissout le produit naturel dans de l'alcool à 90° et qu'on y ajoute 25 à 40 g par litre de carbonate de magnésie que l'on porte le mélange à une température de 0 à 2°C afin de provoquer la précipitation des produits cireux et qu'on filtre.

8. Boisson à base d'essence d'anis et d'alcool utilisable sur le plan alimentaire, caractérisée par le fait qu'elle contient un produit naturel soluble et miscible à l'anéthol et à l'alcool ayant un point de fusion aux environs de -20°C, désor-

dorisé et déciré, dans des proportions suffisantes pour abaisser le point de congélation de l'anéthol à environ au moins -4°C.

9. Boisson selon la revendication 8, caractérisée par le fait que le produit naturel est constitué par le terpène d'orange et/ou le limonène.