

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 543 155

②1 N° d'enregistrement national :

83 04907

⑤1 Int Cl³ : C 11 B 9/00; A 23 L 1/222.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 25 mars 1983.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 39 du 28 septembre 1984.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *ARTOZOUL Jacques.* — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Jacques Artozoul.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : André Bouju.

⑤4 Procédé de fabrication d'arômes purs à partir d'huiles essentielles et arômes obtenus.

⑤7 Le procédé de fabrication d'arômes purs, solubles dans l'eau, 100 % naturels, à partir d'huiles essentielles notamment d'hespéridées, comprend les étapes suivantes :

A. L'huile essentielle fraîche est distillée sous pression réduite pour séparer la majeure partie des terpènes;

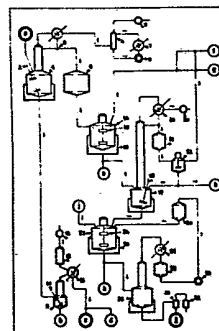
B. Les résidus de la distillation A sont distillés à leur tour, et on sépare les terpènes restants sous pression plus faible, puis les matières aromatiques sous vide fin;

C. Les terpènes venant des distillations A et B sont extraits à l'éthanol aqueux pour séparer les atômes volatils en solution alcoolique;

C. Les extraits alcooliques obtenus lors de l'étape C sont soumis à une distillation azéotropique extractive pour enlever les terpènes avec le minimum d'alcool;

E. Selon un procédé préféré, la solution alcoolique sans terpènes obtenue lors de l'étape D est diluée à l'eau et les arômes présents sont extraits avec un solvant volatil; la phase solvant et concentrée, après quoi les dernières traces de solvant sont éliminées;

F. L'arôme pur, soluble, est obtenu par la mise en commun de la fraction aromatique obtenue selon l'étape E et de la fraction distillée sous vide fin, obtenue selon l'étape B.
Utilisation dans l'alimentation et en parfumerie.



FR 2 543 155 - A1

D

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'arômes purs, solubles, 100 % naturels possédant la fraîcheur du fruit à partir des huiles essentielles terpéniques obtenues par expression ou centrifugation, ce procédé
5 permettant de séparer, sans détériorations et pratiquement sans pertes, les différents composants de l'arôme.

La présente invention se rapporte également aux produits finis qui sont des arômes purs, 100 % naturels, solubles dans le sirop de sucre et qui possèdent une odeur fine
10 de jus de fruit frais.

Les produits finis concernés par la présente invention sont principalement les arômes d'hespéridées. Ces arômes sont particulièrement destinés à l'alimentation et à la parfumerie fine.

15 On sait que les huiles essentielles d'hespéridées telles que l'orange et le citron, sont formées d'un mélange de matières aromatiques et d'une forte proportion de terpènes.

Les terpènes présentent divers inconvénients. Ils communiquent à l'huile essentielle un arôme de zeste alors
20 qu'on recherche le plus souvent en alimentation un arôme de fruit coupé ou de jus frais. Ils sont très oxydables avec formation de corps à mauvaise odeur. De plus, ils sont pratiquement insolubles dans l'eau.

25 On cherche fréquemment à préparer des huiles essentielles enrichies en matières aromatiques en éliminant le maximum des terpènes présents.

La méthode de concentration la plus connue consiste à soumettre l'huile essentielle à une distillation fractionnée
30 en la chauffant sous pression réduite dans un appareil convenable. Il est ainsi possible de concentrer 10 fois les huiles essentielles de citron et d'orange.

La première fraction est formée des monoterpènes. On peut faire distiller une deuxième fraction constituée de matières aromatiques pures, suivie éventuellement d'une der-
35

nière fraction riche en sesquiterpènes.

Une autre méthode de concentration permet d'opérer sans chauffer. Elle est basée sur une extraction de l'huile essentielle fraîche par une solution hydro-alcoolique à environ 70 % d'éthanol. On mélange et laisse décanter. La couche alcoolique inférieure est soutirée. On fait ainsi plusieurs lavages et on mélange les couches alcooliques.

Ces solutions alcooliques sont diluées à l'eau et saturées de sel. Les portions de terpènes dissoutes et une partie des matières aromatiques sont insolubilisées et décantent. Elles forment "l'essence déterpénée à froid". Ces essences sont environ 4 fois plus riches en matières aromatiques que l'huile essentielle qui a servi à les préparer.

Ces essences déterpénées à froid contiennent encore des terpènes qui ne sont pas solubles dans l'eau. Quand on veut atteindre une solubilité complète, il est nécessaire de les enlever.

La méthode connue pour préparer des arômes solubles, 100 % naturels, consiste à redistiller en alambic les solutions alcooliques aromatiques décantées de la déterpénation à froid. Les premières portions de distillat qui contiennent des terpènes sont diluées à l'eau. Les terpènes insolubilisés sont retirés et la solution alcoolique réintégrée dans l'alambic. On distille alors le contenu de l'alambic de manière à ce que le distillat titre 70 à 75 % d'alcool pur.

Les alcoolats distillés de ce type sont bons et frais. Leur particularité est de se troubler par addition d'eau et, en raison de la purification poussée, de redonner des solutions limpides stables quand on continue la dilution. D'où le nom d'alcoolat ou d'arôme soluble pour les distinguer des produits moins purifiés qui donnent des solutions opalescentes ou laiteuses.

Ces deux types de concentration "à chaud" et "à froid" présentent des inconvénients.

Dans la distillation "à chaud", les composants aroma-

tiques les plus légers de l'huile essentielle, en C₆ et C₈, sont entraînés dans le distillat terpénique et perdus. Ces constituants sont ceux qui communiquent aux concentrés la finesse, la fraîcheur et la puissance aromatique. Quand ils sont perdus, le concentré est plat, sans grande valeur pour l'alimentation.

Par ailleurs, l'extrême sensibilité thermique des huiles essentielles d'hespéridées est responsable d'une odeur de "cuit" dans les concentrés dès qu'intervient une élévation un peu forte de la température.

Dans la méthode "à froid", les inconvénients sont dans les pertes d'arômes qui s'y produisent: les mélanges de l'huile essentielle avec l'alcool à 70° engendrent des émulsions stables qui retiennent des fractions d'arômes ; les mélanges des solutions alcooliques avec l'eau salée forment aussi des émulsions ; enfin, l'extraction des arômes n'est pas sélective et il en reste une partie dans la masse des terpènes.

Un autre inconvénient de la méthode vient des grandes quantités de solvant qui sont nécessaires, à savoir, 3 à 4 fois plus que d'huile essentielle traitée.

Dans la fabrication des arômes solubles, les pertes pondérales d'arômes sont plus élevées. Aux pertes inhérentes à l'extraction des huiles essentielles par l'alcool s'ajoutent celles qui résultent de l'usage de l'alambic. Elles atteignent 60 % pour certaines tranches d'arômes. Ces pertes viennent de portions d'arômes qui restent dans l'alambic avec les résidus aqueux de distillation et d'autres portions qui restent dissoutes dans les terpènes distillés puis insolubilisés.

Un autre inconvénient qui est particulier à ces arômes solubles vient de leur très grande dilution (2 à 3 grammes de matières aromatiques pures solubles par litre d'alcool).

Cette dilution impose le transport et le stockage de 300 à 400 litres d'alcool à 70° quand on veut disposer de

de 1 Kg de matières aromatiques pures. On ne peut actuellement fabriquer industriellement des arômes solubles plus concentrés.

5 Le but de la présente invention est de fournir un procédé qui remédie à ces inconvénients.

Suivant l'invention, ce procédé est caractérisé par les étapes suivantes :

- 10 A) L'huile essentielle fraîche obtenue notamment par expression de zestes d'hespéridées ou par centrifugation de pulpes de fruits d'hespéridées, est distillée sous pression réduite pour séparer la majeure partie des terpènes,
- B) Les résidus de la distillation (A) sont distillés à leur tour, et on sépare les terpènes restants sous pression plus faible, puis les matières aromatiques sous vide
- 15 fin ;
- C) Les terpènes venant des distillations (A) et (B) sont extraits à l'éthanol aqueux pour séparer les arômes volatils en solution alcoolique ;
- 20 D) Les extraits alcooliques obtenus lors de l'étape C) sont soumis à une distillation azéotropique extractive pour enlever les terpènes avec le minimum d'alcool ;
- D₁) Le résidu alcoolique de la distillation de l'azéotrope (D) est mis en commun avec la fraction distillée sous vide fin obtenue selon l'étape (B).

25 On obtient ainsi un arôme en solution alcoolique concentrée, 100 % naturel, soluble dans l'eau et contenant des composants aromatiques de l'huile essentielle en C₆ et/ou C₈.

30 Selon une version préférée de l'invention, on procède comme suit :

- A) L'huile essentielle fraîche est distillée sous pression réduite pour séparer la majeure partie des terpènes,
- B) Les résidus de la distillation (A) sont distillés à leur tour, et on sépare les terpènes restants sous pression
- 35 plus faible, puis les matières aromatiques sous vide fin,

- C) Les terpènes venant des distillations (A) et (B) sont extraits à l'éthanol aqueux pour séparer les arômes volatiles en solution alcoolique,
- 5 D) Les extraits alcooliques obtenus lors de l'étape C) sont soumis à une distillation azéotropique extractive pour enlever les terpènes avec le minimum d'alcool,
- E) La solution alcoolique sans terpènes obtenus lors de l'étape D) est diluée à l'eau et les arômes présents sont extraits avec un solvant volatil ; la phase solvant est concentrée après quoi, les dernières traces de solvant sont éliminées,
- 10 F) L'arôme pur, soluble, est obtenu par la mise en commun de la fraction aromatique obtenue selon l'étape (E) et de la fraction distillée sous vide fin obtenue selon l'étape (B).
- 15

On obtient ainsi un arôme pur, 100 % naturel, soluble dans l'eau, renfermant des composants aromatiques de l'huile essentielle en C₆ et/ou C₈.

20 Les étapes essentielles du procédé selon la présente invention sont détaillées ci-après :

Lors de l'étape A), l'huile essentielle fraîche est soumise à une distillation directe sous pression réduite dans un appareil efficace conçu pour éviter toute surchauffe et pour piéger les incondensables.

25 La pression est maintenue de préférence entre 10 et 20 torr.

Le liquide en ébullition est agité vivement. Selon une disposition préférée de l'invention, l'agitation est produite par un arbre incliné porteur de turbines.

30 Un piège est placé entre le condenseur et les pompes à vide. Le dispositif préféré selon l'invention est une petite colonne à remplissage isolée thermiquement dans laquelle on met en contact les incondensables et une circulation de liquide refroidi par un petit groupe frigorifique . Le liquide selon l'invention est de préférence une fraction d'arômes

35

purs comme celle obtenue selon l'étape (B) provenant d'une fabrication précédente.

La température du piège est maintenue de préférence entre moins 20 et moins 50° C.

5 Cette distillation a l'avantage de découper les composants aromatiques de l'huile essentielle en trois portions calibrées: les arômes incondensables qui restent dans le piège, les arômes volatils qui sont dans les terpènes et les autres qui restent dans le ballon.

10 Lors de l'étape (B) le résidu de la distillation A est transféré intégralement dans un appareil de distillation sous vide fin. La deuxième opération consiste à distiller les terpènes résiduels sous 0,27 à 0,53 mP environ, puis les matières aromatiques présentes sous une pression de 0,007 mP
15 environ. On termine sous 0,0013 mP environ.

Vers la fin de la distillation, les constituants aromatiques peuvent distiller accompagnés éventuellement de sesquiterpènes. Ces terpènes sont séparés au moyen de méthodes connues.

20 Comme précédemment, la distillation se fait avec vive agitation. Le piège est de type classique. Le résidu de la distillation, pratiquement inodore, est écarté.

A ce moment, les matières aromatiques sont découpées nettement, pratiquement sans pertes, en trois fractions calibrées : des arômes très volatils dans le piège à circulation,
25 des arômes volatils dans les terpènes en C₆, C₈, C₉ et la fraction d'arômes purs distillés sous vide fin, principalement en C₁₀ et au dessus.

L'étape C consiste à soumettre l'ensemble des monoterpènes distillés à une extraction liquide-liquide par un mélange d'éthanol et d'eau. La richesse du mélange est de préférence comprise entre 65 et 85 % en éthanol.
30

La quantité de mélange alcoolique employé est de préférence comprise entre 10 et 30 % de la quantité de terpènes à extraire. La température de l'extraction se situe entre
35

- 15 et + 30°C de préférence entre - 15 et + 15°C. L'extraction se fait en 4 étapes ou plus.

Les terpènes traités étant un distillat, c'est-à-dire un mélange privé de toute molécule complexe, les décantations se font facilement et sans émulsion.

L'étape D a pour but d'éliminer les terpènes dissous dans les liquides alcooliques d'extraction, en réalisant une distillation extractive de ces terpènes par l'éthanol.

On opère à cet effet dans un appareil de rectification à colonne de remplissage efficace de manière à séparer l'azéotrope ternaire, c'est-à-dire le maximum de terpènes dans le minimum d'alcool.

La distillation se fait sous une pression de 16 à 27 mP, de préférence 18,6 à 21,3 mP. Au fur et à mesure de sa condensation, le distillat est dilué avec de l'eau pure et mis à décanter. Les terpènes insolubilisés sont écartés et la phase alcoolique inférieure est rétrogradée dans le ballon, au sein de la masse de liquide alcoolique en ébullition. On continue ainsi jusqu'à ce que le distillat ne contienne plus de terpènes.

Cet entraînement extractif se fait pratiquement sans pertes d'arômes. Les terpènes de l'azéotrope sont pratiquement neutres.

Contrairement à l'habitude de considérer qu'une détérioration engendre des pertes d'arômes, la présente invention provoque la détérioration pour séparer sans pertes les matières aromatiques les plus difficiles à isoler.

Le calibrage des arômes joue dans le sens de la sélectivité de l'extraction. L'élimination des molécules complexes qui donnent des émulsions facilite grandement les décantations où l'interface est parfaitement nette.

En mettant en commun le résidu de la distillation azéotropique (étape D) et la fraction distillée sous vide fin (étape B), on obtient un arôme 100% naturel

concentré en solution alcoolique contenant des constituants aromatiques en C₈ et/ou C₆.

L'étape E de la version préférée du procédé selon l'invention a pour but d'éliminer l'alcool et de restituer
5 à l'état pur, sans terpènes et solubles, les arômes volatils qui s'y trouvent dissous.

Pour ce faire, la phase alcoolique est diluée à l'eau, refroidie puis extraite à plusieurs reprises au moyen d'un solvant hydrophobe volatil.

10 Les phases solvant décantées sont mises en commun et distillées dans un appareil approprié qui permet d'éliminer les dernières traces de solvant en diminuant la pression.

Le solvant volatil selon la présente invention
15 a un point d'ébullition inférieur à + 45°C à la pression atmosphérique normale et répond à la formule générale :



où n = 1 à 4 ; a = 0 à 2 ; x = 0 à 8 ; y = 0 à 3 ; z = 0 à 5.

Les solvants préférés sont du type chlorofluoré
25 tel que le dichloromonofluorométhane, le trichloromonofluorométhane, le chlorotrifluorométhane, le dichlorotétrafluoroéthane.

Une autre série de solvants préférés selon l'invention est celle représentée par les hydrocarbures du type
30 propane, isopropane, butane.

Lors de l'étape F, le produit fini pur, soluble, sans alcool, résulte de la mise en commun de la fraction volatile sans alcool qui a été extraite des terpènes et de la fraction distillée sous vide fin.

Un autre produit fini pur, soluble, en solution alcoolique concentrée résulte de la mise en commun de l'alcool du piège, des alcools sans terpènes résultant de la distillation azéotrope, de la fraction distillée sous vide fin et d'alcool pur ou autre agent solubilisant.

D'autres particularités et avantages de l'invention apparaîtront encore dans la description ci-après de quelques exemples non limitatifs de la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention.

La figure unique illustre schématiquement la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

Exemple 1.

100 kg d'huile essentielle d'orange "transvaal" sont chargées en (a) dans un appareil (1) pour distiller sous pression réduite. Cet appareil comprend un agitateur (2), un régulateur de reflux (3), un piège (4) et un dispositif de pompage (5). La partie du piège (4) en contact avec les incondensables est irriguée par 1 litre d'éthanol mis en circulation par une pompe (6) et refroidi par un échangeur (7) à moins 45°C environ.

Le distillat qui représente environ 93% de la charge est recueilli dans le réservoir (8). Le résidu, soit 6 kg, est transféré dans un appareil (9) de distillation sous vide fin.

Cet appareil (9) comprend un agitateur (10), un condenseur (11), un piège (12) et un dispositif de pompage (13). 0,5 kg de terpènes restants dans la charge sont distillés sous 0,27 mP et recueillis en (d). La pression est ensuite portée à 0,007 mP pour distiller les matières aromatiques, soit 1,7 kg, recueillies en (c). On termine vers 0,0013 mP à une température de 130°C dans le liquide.

Les terpènes venant du réservoir (8) et de celui placé en (d) sont introduits dans un mélangeur décanteur (14)

muni d'un agitateur (15) et refroidi par une circulation de fluide (16). On y introduit 20 litres d'éthanol à 80% en volume (densité 0,862) préparés à partir d'alcool à 96% venant de (g) et d'eau venant de (l). On mélange,
5 on décante et soutire la couche alcoolique aromatique qui est transférée dans le rectificateur (17). On fait encore 3 autres lavages dans les mêmes conditions. Les terpènes pratiquement inodores sont évacués en (e).

Le rectificateur (17) comprend un régulateur de
10 reflux (19), un agitateur (18) et un dispositif de pompage (20). La rectification se fait sous 24 mP, vers 45°C en tête de colonne à un taux de reflux de 30%.

12 litres de distillat azéotropique sont recueillis dans un réservoir (21) puis transférés dans un petit
15 mélangeur (22). Pendant que la distillation continue et que le réservoir (21) se remplit à nouveau, le distillat est mouillé avec 2,4 litres d'eau purifiée venant de (f).

Les terpènes présents décantent. Ils sont pratiquement inodores.

20 La couche alcoolique est recyclée dans le produit en ébullition et quand la quantité de distillat atteint à nouveau 12 litres, on recommence et ainsi de suite jusqu'à ce que la totalité des terpènes ait été retirée en (h). La quantité totale distillée est de 90% de la
25 charge ; celle des terpènes contenus dans le distillat voisine de 2,8% du distillat.

La solution alcoolique restante est transférée dans un mélangeur (23) comportant des turbines (24) d'agitation et un dispositif de réfrigération (25). On ajoute 150
30 litres d'eau purifiée en agitant, et on refroidit à + 10°C et on introduit 30 litres de trichlorofluorométhane venant de (j). L'agitation est arrêtée après 3 minutes.

Le solvant soutiré après un temps suffisant (30 minutes) est envoyé dans le distillateur (26). On
35 fait en tout 4 extractions avec le solvant fluoré

(trichorofluorométhane).

Les liqueurs alcooliques sont retirées en (k) pour la récupération des solvants. Le solvant fluoré rassemblé en (26) est distillé, condensé en (27) et re-
5 cueilli en (28) d'où il est transféré en (30) pour être recyclé au moyen de la pompe à circulation (29) dans le mélangeur (23).

Quand le produit en ébullition ne représente plus que 10% de la charge, soit environ 12 litres, il est
10 dirigé vers un distillateur de finition (31) d'où les dernières portions de solvant sont évaporées sous pression réduite et condensées en (32).

En fin d'opération, les arômes volatils sont retirés du distillateur (31) en (l). Le rendement est de 550
15 grammes, soit 0,55% de la charge initiale.

Les rendements par rapport à l'huile essentielle fraîche sont les suivants :

Matières aromatiques distillées, en	(c)	1,740 kg
Arômes extraits des terpènes en	(l)	0,550 kg
20 Rendement en arôme complet, pur		2,290 kg
Terpènes épuisés environ, en	(k)	93,5 kg
Résidus colorés environ, en	(b)	0,35 kg

Exemple 2.

25 En opérant dans les mêmes conditions que celles de l'exemple 1, avec une huile essentielle de Citron d'Argentine, le bilan suivant a été obtenu :

Matières aromatiques distillées, en	(c)	4,520 kg
Fraction distillée avec des sesqui- 30 terpènes, après élimination de ceux-ci		1,120 kg
Arômes extraits des terpènes , en	(l)	1,010 kg
Rendement en arômes complets purs		6,650 kg
Terpènes épuisés environ, en	(k)	90,500 kg
35 Sesquiterpènes environ,		0,510 kg
Résidus colorés environ, en	(b)	0,355 kg

Exemple 3.

Dans une fabrication réalisée comme indiqué dans l'exemple n° 1, avec une huile essentielle d'orange Transvaal, il a été opéré un fractionnement des terpènes dans la première distillation : on a isolé en (8) une première portion de 9,3 kilogrammes représentant 10% de l'ensemble des terpènes distillés. Les fractions obtenues respectivement de 10% et 90% des terpènes ont été soumises séparément à la méthode de séparation des arômes volatils purs selon l'invention.

Les analyses ont été faites par chromatographie en phase vapeur. Les valeurs suivantes ont été obtenues.

Fraction de 10% des terpènes : arômes légers extraits
 15 150 grammes, 0,15% de la charge. 9,5 % en aldéhyde C₈.
 Fraction de 90% des terpènes : arômes légers extraits
 400 grammes, 0,40% de la charge. 30,9% en aldéhyde C₈.
 Arômes par distillation directe, en (C),
 20 1,720 grammes,

soit 1,7% de la charge. 20,7% en aldéhyde C₁₀.

Il est à noter que l'aldéhyde C₈ est absente des arômes obtenus par distillation directe. Il est totalement entraîné par les terpènes. Sa présence dans le concentré final pur, soluble selon l'invention constitue une particularité avantageuse de l'invention et tout à fait considérable étant donnée la puissance aromatique de ce produit.

La fraction sesquiterpénique a été obtenue en (f) et constituait la fin de la distillation sous
 30 0,0013 mP.

Bien entendu, l'invention n'est limitée aux exemples que l'on vient de décrire et on peut apporter à ceux-ci de nombreuses modifications sans sortir du cadre de l'invention.

Ainsi les arômes peuvent également être obtenus à partir de matières naturelles concentrées terpéniques telles que l'huile essentielle de menthe, l'essence d'anis ou la concrète de houblon.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'arômes purs, solubles dans l'eau, 100 % naturels, à partir notamment d'huiles essentielles, en particulier d'huiles d'expression de zestes d'hespéridées ou de centrifugation de pulpes des fruits d'hespéridées, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

5 A) l'huile essentielle fraîche est distillée sous pression réduite pour séparer la majeure partie des terpènes ;

10 B) les résidus de la distillation (A) sont distillés à leur tour, et on sépare les terpènes restants sous pression plus faible, puis les matières aromatiques sous vide fin ;

15 C) les terpènes venant des distillations (A) et (B) sont extraits à l'éthanol aqueux pour séparer les arômes volatils en solution alcoolique ;

20 D) les extraits alcooliques obtenus lors de l'étape (C) sont soumis à une distillation azéotropique extractive pour enlever les terpènes avec le minimum d'alcool ;

D1) le résidu alcoolique de la distillation de l'azéotrope (D) est mis en commun avec la fraction distillée sous vide fin obtenue selon l'étape B.

2. Procédé de fabrication d'arômes purs, solubles dans l'eau, 100 % naturelle, à partir d'huiles essentielles, notamment d'huiles d'expression de zestes d'hespéridées ou de centrifugation de pulpes des fruits d'hespéridées, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

30 A) l'huile essentielle fraîche est distillée sous pression réduite pour séparer la majeure partie des terpènes ;

35 B) les résidus de la distillation (A) sont distillés à leur tour, et on sépare les terpènes restants sous pression plus faible, puis les matières aromatiques sous vide fin ;

C) les terpènes venant des distillations (A) et (B) sont extraits à l'éthanol aqueux pour séparer les arômes volatils en solution alcoolique ;

5 D) les extraits alcooliques obtenus lors de l'étape (C) sont soumis à une distillation azéotropique extractive pour enlever les terpènes avec le minimum d'alcool ;

E) la solution alcoolique sans terpènes obtenus lors de l'étape (D) est diluée à l'eau et les arômes présents sont extraits avec un solvant volatil ; la phase
10 solvant est concentrée après quoi, les dernières traces de solvant sont éliminées ;

F) l'arôme pur, soluble, est obtenu par la mise en commun de la fraction aromatique obtenue selon l'étape (E) et de la fraction distillée sous vide fin, obtenue
15 selon l'étape (B).

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le solvant volatil répond à la formule :



où $n = 1$ à 4 ; $a = 0$ à 2 ; $x = 0$ à 8 ; $y = 0$ à 3 ;
 $z = 0$ à 5 .

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3,
25 caractérisé en ce que lors de la distillation (A), les incondensables sont captés par un piège refroidi par une circulation de liquide à une température comprise entre -20 et -50°C .

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4,
30 caractérisé en ce que les extractions de l'étape (C) sont réalisées avec de l'alcool aqueux contenant de 65 à 85% d'éthanol pur, à une température de -15°C .

6. Procédé selon l'une des revendications 2 à 5,
35 caractérisé en ce que la distillation extractive selon l'étape (D) est réalisée sous une pression de 1 à $10,6$ mP.

7. Procédé selon l'une des revendications 2 à 6, caractérisé en ce que le solvant volatil employé dans l'extraction (E) est choisi parmi le trichlorofluorométhane, le dichloromonofluorométhane, le chlorotrifluorométhane, le dichlorotétrafluoroéthane.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le solvant volatil employé dans l'extraction (E) est choisi parmi le butane, l'isopropane, et le propane et leur mélange.

9. Arôme en solution alcoolique concentrée, 100 % naturel, soluble dans l'eau, obtenu selon le procédé conforme à la revendication 1, caractérisé en ce qu'il contient des composants aromatiques de l'huile essentielle en C6 et/ou C8.

10. Arôme pur, 100 % naturel, soluble dans l'eau, obtenu selon le procédé conforme à la revendication 2, caractérisé en ce qu'il contient des composants aromatiques de l'huile essentielle en C6 et/ou C8.

