

254. Recherches sur les arômes

4^e communication¹⁾

Procédé d'isolement des constituants volatils de la fraise et de la framboise

par M. Winter, E. Palluy, M. Hinder et B. Willhalm

Dédié à M. le Prof. L. RUZICKA à l'occasion de son 75^e anniversaire

(25 VIII 62)

Séparer un arôme de son milieu naturel pour l'analyser chimiquement constitue en soi un problème de recherche délicat. Il s'agit d'isoler d'un milieu très complexe une quantité extrêmement faible – de l'ordre de 10 à 10^{-3} p.p.m. – de substances variées ayant souvent une stabilité limitée. Dans le cas de fruits, on doit se préoccuper d'une difficulté supplémentaire: les transformations du fruit découpé ou de son jus, provoquées par des micro-organismes, des réactions enzymatiques, par la pectinisation, etc.

Plusieurs mémoires traitant de la séparation de l'arôme volatil de fruits ont été publiés au cours de ces dernières années^{2) 3) 4) 5)}. Toutes les méthodes décrites comportent les étapes principales suivantes:

a) préparation d'un jus de fruit ou d'une purée de fruit;

b) préparation d'un distillat par évaporation instantanée («flash evaporation») d'un pourcentage déterminé d'eau, du jus ou de la purée, entraînant les constituants volatils;

c) concentration du distillat aqueux de b) dans une colonne de fractionnement ou, comme l'a proposé récemment WEURMAN⁵⁾, par répétition du procédé d'entraînement («re-stripping»).

Le procédé que nous allons décrire tient spécialement compte de l'instabilité et de la fragilité des arômes de fruits, permettant la préparation d'un arôme de fruits frais.

Procédé. Les fruits frais sont broyés en purée dans une atmosphère fortement appauvrie en oxygène, avec adjonction d'un pourcentage déterminé d'eau. Ensuite, cette purée diluée est soumise dans deux évaporateurs à une distillation à couche mince en continu. L'arôme contenu dans les distillats aqueux est 6 à 8 fois plus concentré que dans les fruits. Entre le broyage des fruits et la séparation de l'arôme de la purée, il ne s'écoule que quelques minutes. Au cours d'une deuxième étape, on sépare cet arôme de l'eau par extraction en continu avec un petit volume de dissolvant organique. Ceci se fait dans un extracteur à haute efficacité. L'arôme de l'extrait organique est

¹⁾ 3^e communication: *Helv.* 43, 1120 (1960).

²⁾ K. P. DIMICK & B. MAKOWER, *Food Technology* 5, 517 (1951); L. H. WALKER & D. C. PATTERSON, *ibid.* 9, 87 (1955).

³⁾ R. K. ESKEW, *Chemistry of Natural Food Flavors*, Quartermaster Food & Container Inst. 1957, 113.

⁴⁾ D. S. BIDMEAD & D. WELTI, *Research (London)* 13, 295 (1960).

⁵⁾ C. WEURMAN, *J. Food Science* 26, 670 (1961).

alors de 100 à 150 fois plus concentré que celui du fruit. D'autres auteurs^{2) 4) 6)} ont obtenu cette concentration de l'arôme par refractionnement du premier distillat aqueux. Un tel procédé comporte des risques accrus d'altération, par exemple l'hydrolyse des esters. Dans une troisième étape on concentre l'extrait organique en fractionnant à température ordinaire et on obtient une «absolue» d'arôme, sous forme d'huile presque incolore.

A. Distillation

L'appareil de distillation, dont le schéma est représenté par la fig. 1, se compose de deux éléments principaux: la partie supérieure qui sert à préparer la purée de fruits (Fig. 2), et la partie inférieure utilisée pour la distillation à la vapeur d'eau en couche mince (Fig. 3). L'appareillage entier est premièrement et soigneusement évacué à une pression de 20 Torr, puis rempli à nouveau avec de l'azote. On charge ensuite alternativement dans les broyeurs B1 ou B2 1,5 kg de fruits. Ces broyeurs à couteaux rotatifs se trouvent dans des récipients étanches à couvercle amovible. On diminue la pression jusqu'à 60-100 Torr et on fait couler d'un réservoir un volume déterminé d'eau pure, exempte d'oxygène, permettant d'obtenir une purée de fruits

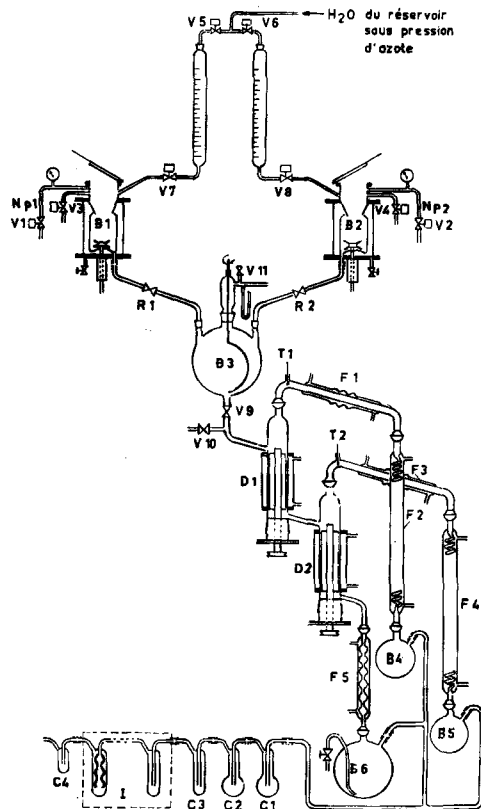


Fig. 1. Appareil de distillation

⁶⁾ K. P. DIMICK & M. J. SIMONE, *Industr. Eng. Chemistry* 44, 2487 (1952).

plus fluide. Par la ligne Np1 ou Np2 on introduit de l'azote pour revenir à la pression ordinaire dans les broyeurs. L'ouverture et la fermeture des conduites se font par des vannes électromagnétiques V1 à V8 commandées à distance depuis un tableau central. Les fruits sont alors broyés pendant 20–30 s, et la purée obtenue est évacuée à l'aide des robinets R1 et R2 dans un ballon de 12 l tenant lieu de réservoir (B3). La pression dans le ballon est réglée entre 70 et 100 Torr et une lente agitation y est maintenue pour éviter que la purée ne se décante. Cette purée s'écoule à une vitesse déterminée dans les colonnes de distillation D1 et D2 au travers de la vanne V9 à commande électropneumatique.

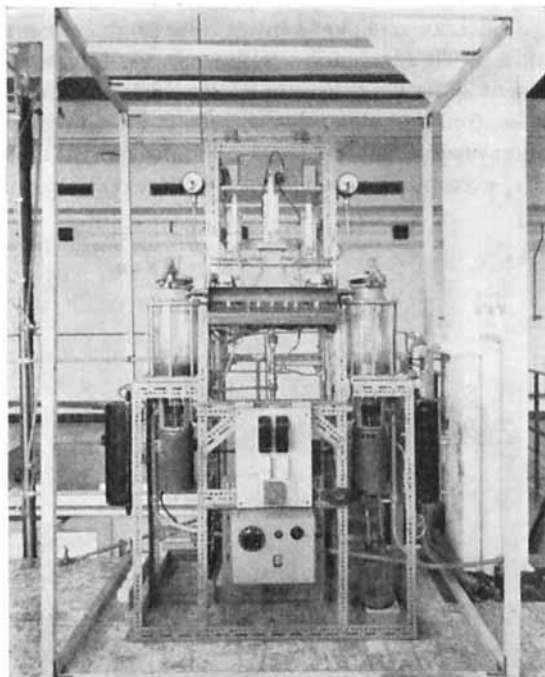


Fig. 2. *Vue des broyeurs; partie supérieure de l'appareil de distillation*

Les deux colonnes de distillation comprennent d'une part un tube calibré en verre⁷⁾, entouré d'un manchon également en verre où circule de l'eau chaude et, d'autre part, un rotor central en acier inoxydable muni de quatre palettes dont l'extrémité en téflon est réglable. Le rotor est actionné à sa partie inférieure par un moteur électrique de 1 CV muni d'un variateur de vitesse. Le diamètre intérieur du tube de verre est de 97,2–97,35 mm, la hauteur utile, de 800 mm. Le nombre de tours du rotor est réglé entre 1700 et 2000 T/min et le jeu entre l'extrémité des palettes et la paroi cylindrique en verre est réglé entre 0,5 et 0,7 mm.

Dans ces conditions, la purée de fruit arrivant par la vanne V9 est distribuée en un film homogène sur toute la surface interne du tube de verre. Le débit de la vanne est réglé de telle façon que la purée recueillie en B6 soit aussi peu odorante que possible.

⁷⁾ Provenance: FISCHER & PORTER, Hatboro, Pennsylvania, U.S.A.

La pression est réglée entre 20 et 30 Torr pour que la distillation se fasse entre 25° et 28°, la température étant lue sur les thermomètres T1 et T2. Les réfrigérants F1 à F5 sont alimentés en eau glacée par une pompe de circulation puisant dans un bac à glace. La température de l'eau à l'entrée des réfrigérants est de 3° à 4°, et à la sortie de 7° à 8°. Le distillat est recueilli après condensation dans les ballons B4 et B5, eux-mêmes immergés dans de l'eau glacée.

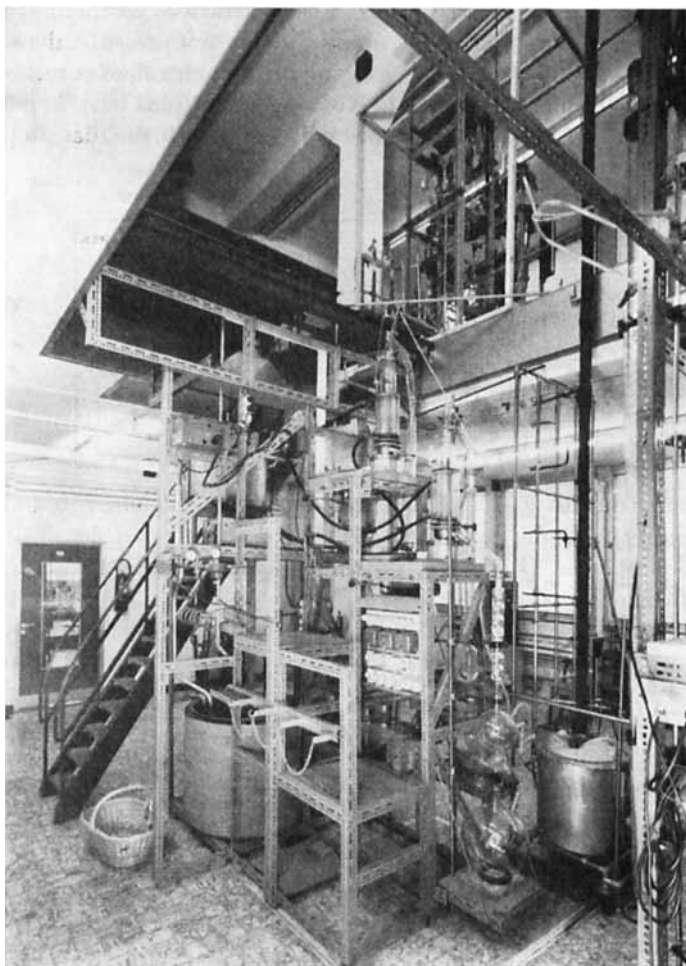


Fig. 3. *Vue des évaporateurs pour distillation en couche mince*

L'évacuation de l'appareil se fait en trois endroits à l'aide de trois tubulures se réunissant ensuite en une conduite commune parcourant successivement un condenseur C1 refroidi avec un mélange de glace et sel, deux condenseurs C2 et C3 refroidis à -60° , une série de barboteurs (unité I) et enfin un compte-bulles C4. Le compte-bulles renseigne l'opérateur sur l'étanchéité de l'appareillage. Pendant toute la durée de la

distillation, la vanne V10 est réglée de telle façon qu'un courant d'azote pur de 30 à 50 ml/min purge l'appareil.

Dans cet appareillage, les fruits et leur purée sont en contact presque uniquement avec des tubulures et récipients en verre, les seules parties métalliques rencontrées étant les couteaux des broyeurs et les rotors des colonnes à distiller, en acier inoxydable. Cette installation permet de traiter en continu 20 à 25 kg de fruits à l'heure.

Efficacité du procédé de distillation. Comme premier test, nous avons soumis à une distillation des solutions aqueuses diluées, à concentrations semblables à celles rencontrées dans les purées de fruits. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 1. On constate que 86–88% de la substance organique sont entraînés et recueillis dans les distillats B4 et B5. De manière générale (voir également plus bas), le distillat B5 ne contient plus que 10 à 25% de la substance présente dans le distillat du premier évaporateur.

Tableau 1. *Distillation de solutions aqueuses diluées*

Solution de départ	Retrouvé dans les distillats	
	Col. 1	Col. 2
1. Butanone. <i>c</i> = 0,200 mmole/l = 14,4 mg/l	74%	~14%
2. Méthylhexylcétone. <i>c</i> = 0,200 mmole/l = 25,6 mg/l	74%	~12%

Il faut ajouter que les solutions aqueuses, à cause de leur viscosité tout différente de celle des purées de fruits, ne permettraient pas d'obtenir dans les évaporateurs un film de liquide uniforme. Il est donc probable qu'on obtiendrait avec les purées de fruits des rendements supérieurs.

Distillation de fraises et de framboises. Ces fruits ont spécialement retenu notre attention en vue de l'analyse ultérieure de leurs composants aromatiques volatils (voir

Tableau 2. *Analyses des distillats de fraises et de framboises*

Distillats de fraises		Distillats de framboises
pH	4,5 ± 0,5	4,7 ± 0,5
carbone total	14–30 mg ^{a)}	60–110 mg ^{a)}
substances carbonylées	0,2–0,3 mmole ^{a)}	0,25–0,6 mmole ^{a)}
esters	0,078–0,125 mmole ^{a)}	0,07–0,14 mmole ^{a)}
UV., densité optique ^{b)}	226 m μ : 0,3–0,7 280 m μ : 0,024–0,13	226 m μ : 0,02–0,04
H ₂ S	1 · 10 ⁻⁴ à 8 · 10 ⁻⁴ mmoles ^{a)} c)	8 · 10 ⁻⁵ à 4 · 10 ⁻⁴ mmoles ^{a)} c)

a) Calculé par kg de fruits; les valeurs trouvées dans les distillats sont donc 6 à 9 fois plus élevées, suivant le pourcentage de ceux-ci;
b) mesuré sur un spectrophotomètre Unicam Sp 500;
c) concerne uniquement le H₂S trouvé dans le distillat; une autre partie subsiste dans la purée résiduelle et une troisième s'évapore dans le vide. Si on place un barboteur contenant une solution d'acétate de plomb à l'emplacement de l'unité I, il se forme un précipité noir de PbS.

mémoires suivants). Toutefois, les purées ne permettent pas de mesurer de façon absolue l'efficacité du procédé, du fait qu'on ne peut pas effectuer de dosages directement dans le milieu naturel.

La seule comparaison directe entre fruits et distillat consiste dans l'évaluation organoleptique des différents produits par un groupe de juges. D'autre part, nous avons essayé de caractériser les distillats par différents dosages chimiques et physico-chimiques. Dans le tableau 2 nous résumons les valeurs analytiques obtenues avec des distillats préparés sous « conditions normales » (voir partie expérimentale).

Ces dosages font ressortir de nettes différences entre les distillats des deux fruits.

a) Les distillats de fraises sont en moyenne légèrement plus acides que ceux des framboises;

b) les distillats de framboises sont sensiblement plus riches en substances organiques;

c) de même, il y a davantage de composés carbonylés dans les distillats de framboises;

d) par contre, ceux-ci sont plus pauvres en H_2S ;

e) une importante différence existe dans l'absorption dans l'UV.

Nous avons pu montrer que dans le cas de la fraise l'absorption dans l'UV, varie en fonction directe de la concentration d'oxygène lors du broyage des fruits⁸⁾. Dans une atmosphère exempte d'oxygène, l'absorption à 226 $m\mu$ se rapproche de zéro. Une telle variation n'existe pas pour les framboises.

Le maximum d'absorption à 226 $m\mu$ du distillat de fraises provient essentiellement de l'hexène-2-al-1⁸⁾. A l'aide d'une courbe étalon, nous pouvons donc déterminer directement la concentration de cet aldéhyde dans nos distillats.

Pour juger encore mieux de l'efficacité de notre appareillage, nous avons effectué ses dosages séparément sur les distillats de fraises B4 et B5 et le contenu des condenseurs (voir tableau 3).

Tableau 3. Dosages des distillats de fraises par colonnes

Dosage	Col. 1	Col. 2	Condenseurs
carbone total	76,3%	20,6%	3,1%
composés carbonylés . .	80 %	15,1%	4,9%
hexène-2-al-1 (UV) . . .	82 %	18 %	traces
esters	64 %	7,8%	28,2%

Abstraction faite des esters, on recueille donc environ 80% des matières organiques distillables, dans le distillat B4; ceci est bien en accord avec les distillations tests.

*Examens organoleptiques*⁹⁾. Uns fois dilués de manière à correspondre au poids des fruits, les distillats de fraises et de framboises reproduisent une importante partie de l'arôme caractéristique de ces fruits. Cette reproduction est peut-être plus fidèle dans le cas de la framboise, ce qui s'explique aisément si l'on songe à la grande instabilité de certaines notes de l'arôme de fraise. Ce dernier est spécialement affecté par des

⁸⁾ M. WINTER, B. WILLHALM, M. HINDER, P. PALLUY & E. SUNDT, *Perfumery and Essential Oil Record* 49, 250 (1958).

⁹⁾ Les auteurs voudraient remercier chaleureusement tous ceux qui ont collaboré à ces tests, notamment MM. SOEETET †, GRAHAM et VODOZ, du département des arômes.

traces de cations de métaux lourds: Fe^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{2+} , etc., et également par des traces d'alcali; même l'alcalinité des récipients en verre ordinaire peut diminuer la qualité des distillats. Les distillats B4 sont environ 4 fois plus puissants que ceux de l'évaporateur D2 (B5), ce qui est bien en accord avec les valeurs analytiques du tableau 3.

La qualité organoleptique des distillats dépend des fruits (provenance, variété, degré de maturité), mais également des conditions de broyage et de distillation, notamment de la teneur en O_2 de l'atmosphère-environnante. Une atmosphère d'air ordinaire se révèle nettement défavorable. Tous ces facteurs influencent spécifiquement les différentes analyses, et la comparaison des résultats obtenus nous a permis de choisir les meilleurs fruits et de déterminer les conditions d'opération les plus favorables. Nous les désignerons sous le terme de «conditions normales».

Partie expérimentale. — *Préparation de l'eau pure.* Une solution de 0,1⁰/₀₀ de KMnO_4 dans de l'eau de source (Eaux d'Arve) est distillée en continu. Le distillat est ensuite porté à ébullition sous azote et sous pression réduite, tout en distillant 10% de têtes, qui sont écartées. L'eau ainsi purifiée est refroidie sous azote.

Distillation des fraises. Les conditions normales sont les suivantes: charger 1,5 kg de fraises équeutées par broyeur, évacuer à une pression de 80–100 Torr, ajouter 330–350 ml d'eau pure (22–23%), introduire de l'azote pour rétablir la pression ordinaire, et broyer les fruits. Température de distillation 26–28° (au-dessus de 30° la qualité des distillats diminue). Réglage de la vanne V9 pour obtenir un rendement en distillat de 11 à 13% (calculé sur les fruits).

Distillation des framboises. Conditions normales: charger 1,5 kg de framboises par broyeur, évacuer à une pression de 60 Torr, ajouter 900 ml d'eau pure (60%), revenir à la pression ordinaire par introduction d'azote et broyer les fruits. Température de distillation 26–30°. Réglage de la vanne V9 pour obtenir un rendement en distillat de 16–18%.

Distillations tests. Des solutions aqueuses à titres connus sont passées par les deux évaporateurs dans des conditions analogues à celles observées avec les fraises; rendement en distillat 9–11%.

Les examens organoleptiques ont été faits par un groupe de 3 à 5 personnes⁹⁾. L'odeur des distillats a été jugée par rapport à celle des fruits traités, et l'arôme, par dégustation des distillats dilués dans des solutions de sucre (dilution à 100%, c'est-à-dire au poids des fruits).

Les analyses des distillats ont été effectuées de la manière suivante:

a) Mesure du pH sur un pH-mètre BECKMAN H2.

b) Dosage du carbone total en milieu aqueux selon GERTNER & IVERKOVIC¹⁰⁾: le procédé est modifié en ce sens qu'on ne laisse pas barboter de l'azote à travers la solution à doser pendant l'oxydation. La comparaison avec les résultats des analyses tests a montré dans notre cas une limite d'erreur de $\pm 3\%$.

c) Dosage des carbonyles par micro-oximation. On ajuste le pH du distillat à 3,50 avec HCl 0,1N et on ajoute un important excès d'une solution de $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ à 1%. Après 5 min de réaction, on titre HCl libéré avec une solution de NaOH 0,1N en utilisant un microdosimètre. Comme le taux d'oximation dépend fortement de la concentration en composés carbonylés, on corrige les valeurs trouvées, à l'aide d'une courbe étalon. A des concentrations de 0,1–2 mmoles de substances carbonylées par litre, cette méthode nous a donné une limite d'erreur de $\pm 5\%$, abstraction faite de cétones spécialement peu réactives.

d) Microdosage des esters: 25 ml de distillat sont extraits 3 fois à l'éther (2 fois avec 15 ml, 1 fois avec 10 ml). On réunit les solutions étherées dans un ballon jaugé et on porte le volume à 50 ml. Puis on prélève 5 ml pour doser les esters selon la méthode de THOMPSON¹¹⁾. La lecture optique se fait à 250 $\mu\mu$ dans une cellule de quartz de 10 mm. La courbe étalon a été dressée avec le caproate d'éthyle.

e) Mesure de la densité optique dans l'UV. Les distillats de framboises n'absorbent que faiblement et aucun maximum n'est reconnaissable entre 200 et 350 $\mu\mu$. Par contre, ceux de fraises ont un maximum intense à 226 $\mu\mu$ et un autre beaucoup plus faible à 280 $\mu\mu$. Pour cette mesure,

¹⁰⁾ A. GERTNER & H. IVERKOVIC, Z. analyt. Chem. 142, 36 (1954).

¹¹⁾ A. R. THOMPSON, Austr. J. sci. Research, Serie A, 3, 128 (1950).

on dilue le volume de distillat correspondant à 10 g de fruit, avec de l'eau distillée à 10 ml. Ainsi les densités optiques de différentes opérations sont directement comparables.

f) Dosage de l'hydrogène sulfuré selon LORANT¹²⁾. Nous avons pu augmenter la sensibilité de la méthode en opérant avec une solution d'acétate de zinc 3 fois plus concentrée que celle des auteurs. D'autre part, l'absorption a été mesurée sur un spectrophotomètre (UNICAM Sp 500) à 672,5 m μ . Nous avons établi une courbe étalon mesurant la concentration en H₂S de 2,5 · 10⁻⁴ à 2,5 · 10⁻² mmoles/l de solution.

B. Extraction des distillats

L'appareillage utilisé est représenté dans la Fig. 4. Il a été monté dans une chambre noire réfrigérée à 1–3°. Tous les éléments sont en verre pyrex, et aucun des raccords à rodage en contact avec l'éther ou avec les distillats n'est graissé.

Mode opératoire. L'installation est d'abord rincée à l'azote pur. Pour éviter une infiltration d'air on maintient une surpression d'azote d'environ 30 cm d'eau (Δp). Les distillats frais sont chassés dans le ballon A et de là dans le ballon B. Par le tube C la solution à extraire s'écoule vers la première colonne d'extraction E1, en traversant un filtre en verre fritté et des régulateurs de débit D1 et D2. Ces derniers consistent en tubes de verre effilés, D1 ayant un diamètre différent de D2. Ceci permet d'extraire au choix à 3 vitesses (1 à 3 l/h).

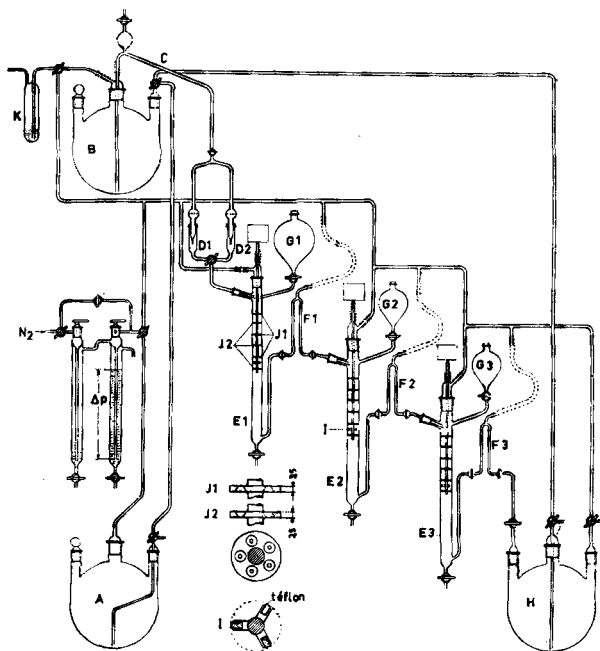


Fig. 4. Appareil d'extraction

Les colonnes d'extraction (E1, E2, E3) sont des tubes de 60 cm de longueur et d'un diamètre intérieur de 28 mm (volume utile total: 340 ml par colonne). On y introduit un volume de phase organique (éther) tel qu'il s'y maintienne une colonne aqueuse d'une hauteur de 20 cm (140 ml). Cette condition peut être obtenue par le réglage du niveau au moyen des siphons pivotants F1, F2, F3, munis de raccords avec rodages sphériques, et en ajoutant continuellement autant d'éther qu'il s'en dissout dans l'eau du distillat. Cet éther est tiré automatiquement des ampoules à décanter bouchées G1, G2 et G3.

¹²⁾ I. ST. LORANT, Z. physiol. Chem. 185, 245 (1929); C. 1930 I, 1334.

Le mélange des phases est obtenu par 6 disques (diamètre: 26,8 mm) actionnés par un vibreur (50 périodes, 40 Watts, amplitude environ 1 mm). Les trous coniques des disques sont dirigés alternativement vers le haut et vers le bas.

La tige est guidée par un dispositif en étoile dont les extrémités sont protégées par du «téflon». Sous l'effet des vibrations, la phase aqueuse traverse en émulsion les 6 zones d'extraction de chaque colonne, puis il y a lente décantation vers le bas de la colonne. La phase extraite s'accumule dans le ballon H; de là elle peut être ramenée en B pour un deuxième passage (l'azote s'échappe alors par le barboteur K) ou vidée vers l'extérieur.

L'efficacité de l'extraction a été estimée par l'extraction de solutions aqueuses de diverses substances de concentrations connues, comparables aux concentrations trouvées dans les distillats. Pour ces essais nous avons utilisé un prototype à 2 colonnes d'extraction seulement.

Tableau 4. *Extraction de solutions aqueuses diluées*

Solution de départ	Taux d'extraction avec	
	Pentane	Ether
<i>n</i> -hexanal <i>c</i> = 1,52 mmoles/l . . .	64 % (1 passage)	78 % (1 passage)
caproate d'éthyle . . . <i>c</i> = 1 mmole/l	93,5% (1 passage) 96,9% (2 passages)	95,1% (1 passage) 99,3% (2 passages)
acétate d'éthyle <i>c</i> = 1 mmole/l	5,8% (1 passage)	33,4% (1 passage) 58,1% (2 passages)

Ces quelques résultats montrent que l'extraction est quantitative seulement avec des substances peu solubles dans l'eau. Avec des substances hydrosolubles et en utilisant du pentane comme dissolvant, on obtient un taux d'extraction très faible. Pour cette raison, nous avons choisi l'éther pour l'extraction des distillats de fruits. En l'utilisant fraîchement purifié, à 0°, à l'abri de la lumière et sous azote, on a pu éviter la formation de peroxydes.

Les extraits étherés ont été concentrés dans une bonne colonne à fractionner entièrement en verre pyrex. Là aussi il faut travailler sous azote et à l'abri de la lumière pour éviter la formation de peroxydes. Des pertes en substances volatiles sont inévitables surtout si on veut préparer un extrait absolu, exempt d'éther éthylique. Les rendements ainsi obtenus étaient de 0,005 à 0,01%₀₀ pour l'huile de fraises et de 0,002 à 0,003%₀₀ pour l'huile de framboises.

Ces rendements sont très faibles si on les compare à la quantité totale de carbone dosée dans les distillats. Le distillat de fraises à 30 mg de carbone total par kg de fruits devrait donner plus de 0,03%₀₀ d'huile, et la framboise à 110 mg de carbone total, plus de 0,11%₀₀ d'huile. Ceci indique clairement que notre extraction est quantitativement très incomplète (abstraction faite des pertes à la concentration).

Sur le plan qualitatif, par contre, les essais organoleptiques indiquent que malgré ce taux d'extraction très faible c'est bien l'arôme caractéristique que l'on retrouve dans l'extrait organique. Et, en accord avec cette constatation, on observe que le distillat de fraises, après 2 extractions à l'éther, a perdu tout arôme caractéristique. Dans le cas de la framboise, une très faible odeur persiste encore dans la phase aqueuse. Par ces résultats il devient évident qu'un faible pourcentage seulement de la matière organique volatile contribue à l'arôme caractéristique.

Nous remercions la Direction de la Maison FIRMENICH & CIE et M. M. STOLL, Directeur scientifique, de la permission de publier ces résultats.

SUMMARY

A process for the removal of volatile flavor constituents directly from the fruits and the further concentration of the separated fruit flavor are described.

The efficiency of the process has been evaluated by processing model solutions of known concentration of volatile substances and by organoleptic panel tests.

Concentrates of the volatile part of fresh strawberry and raspberry flavor have been prepared. Some particulars on these volatile flavors have been established.

Laboratoires de Recherches, FIRMENICH & CIE, Genève

255. Recherches sur les arômes

5^e communication¹⁾

Analyse de l'arôme des framboises

I. Les constituants carbonylés volatils

par M. Winter et E. Sundt

Dédié à M. le Prof. L. RUZICKA à l'occasion de son 75^e anniversaire

(25 VIII 62)

Le dernier travail publié sur l'arôme de framboise a été exécuté par SCHINZ & SEIDEL²⁾ il y a environ 25 ans. Ces auteurs donnaient également un aperçu des composants isolés de la framboise lors de recherches antérieures. Dans tous ces travaux, l'huile de framboises analysée avait été obtenue par extraction d'un jus de fruit plus ou moins fermenté. Or il est connu que les jus de fruits subissent des transformations rapides sous l'influence de microorganismes et de ferments³⁾, affectant l'arôme caractéristique.

Le procédé que nous venons de décrire dans le travail précédent¹⁾ nous a paru favorable à l'isolement d'un arôme de framboise non altéré. Nous avons vite constaté que ceci était vrai uniquement si l'on utilisait des fruits fraîchement récoltés et d'une

¹⁾ 4^e communication, Helv. 45, 2186 (1962).

²⁾ H. SCHINZ & C. F. SEIDEL, Helv. 40, 1839 (1957); 44, 278 (1961).

³⁾ Voir par exemple D. K. TRESSLER & M. A. JOSLYN, «Fruit and Vegetable Juice», Processing Technology, p. 69, etc., The AVI Publishing Comp. Inc., Westport USA., 1961.