

وزارة الجامعات  
Ministère aux Universitaires

SEA

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

# ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT Genie Chimique.

## PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet

ETUDE DU PROCÉDÉ D'EXTRACTION  
DU BOIS DE CÈDRE DE L'ATLAS PAR  
CIRCULATION CONTINUE DE SOLVANTS  
VOLATILS

Proposé par :

Mr. E.H. Benyoussef  
Mme Derriche

Etudié par :

Mr. F. Benkaci Ali

Dirigé par :

Mr. E.H. Benyoussef.

PROMOTION — Juin 1991.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

—\*0\*

DEPARTEMENT : *Genie chimique.*

## PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet

ETUDE DU PROCÉDÉ D'EXTRACTION  
DU BOIS DE CÈDRE DE L'ATLAS PAR  
CIRCULATION CONTINUE DE SOLVANTS  
VOLATILS

Proposé par :

Mr E. H. BENYOUSSEF

M<sup>me</sup> DERRICHE

Etudié par :

Mr F. BENKACI Ali

Dirigé par :

Mr E. H. BENYOUSSEF

PROMOTION : JUIN 1991

## DEDICACE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

A mon père

A tous les diplômés et cadres de l'Algérie qui comme lui, ont  
accepté des salaires dérisoires pour amener l'état Algérien à  
investir massivement dans l'enseignement et la formation.

Ministere de l'enseignement superieur  
Ecole nationale polytechnique  
Departement genie chimique  
Eleve ingénieur : Mr F Benkaci Ali Farid  
Promoteurs : Mr E H Benyoussef  
Mme R Derriche

وزارة التعليم العالي  
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
دائرة الهندسة الكيماوية  
التلميذ المهندس: بن فاسي علي  
الموجه: السيد بن يوسف  
السيدة دريشي

### المخلصي :

يستهدف هذا البحث دراسة تأثير بعض الثوابت البنائية على المردود الإجمالي  
لصالح شجرة الأرز، المحصلة عليها سيلات مستمر لبعض المخللات  
كما تم وضع نماذج رياضية لبعض النتائج التي تحملا عليها  
وتفنا بتحليلات كيميائية فيزيائية لكل مناهلنا.

### Abstract :

Our work consist first to studies influence of some  
operatory parameters in the global rendement for essential  
cedar wood obtained by continus circulation of volatil  
solvant, and were such a mathematical model of our results

A chemical physic analysis permitted for characterize  
the extraits.

### Résumé :

Notre travail consiste en une étude de l'influence de  
certains paramètres operatoires sur le rendement global en  
essences obtenues par circulation continue de solvants  
volatils; suivie d'une modélisation mathématique de certains  
de nos resultats.

Une analyse physico-chimique a permit de caractériser  
nos extraits.

## MEMBRES DU JURY

President : Madame Djallas  
chargée de cours à l'ENP

Examineurs : Monsieur Benyoussef  
charge de cours à l'ENP

Madame Derriche.  
chargée de cours à l'ENP

Monsieur M. Bourkiza

P H D

Madame W. Yaici

Maitre assistant

## REMERCIEMENTS

Que Monsieur Benyoussef et Madame Derriche trouvent l'expression de mes plus vifs remerciements pour l'aide précieuse qu'ils m'ont apportée, leurs encouragements et leurs conseils très utiles.

Ma profonde reconnaissance à Madame Djallas qui a bien voulu présider ce jury.

Je tiens également à exprimer mes remerciements aux membres du jury:

- Madame Djallas
- Monsieur Benyoussef
- Madame Derriche
- Monsieur Bourkiza
- Madame Yaïoi

Qui ont bien voulu accepter de juger ce travail en participant au jury.

Mes remerciements à tous ceux qui m'ont apporté leur concours pour la réalisation de ce projet, les équipes du laboratoire et du centre de calcul.

Et à mes camarades pour leur soutien moral et logistique.

# SOMMAIRE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION:	1
CHAPITRE I: La cédraine Algérienne	
I-1 Les différents espèces de cèdre de l'Atlas	2
I-1-1 Cèdus Libani	2
I-1-2 Cèdus Deodora	2
I-1-3 Cèdus brevilolia	2
I-1-4 Cèdus atlantica	3
I-2 Caractères botaniques de la cédraine Algérienne	3
I-3 Ecologie du cèdre	3
I-3-1 Altitude	3
I-3-1-1 En état naturel	3
I-3-1-2 En reboisement	3
I-3-2 Conditions climatiques	4
I-3-2-1 Précipitation	4
I-3-2-2 Température	4
I-3-2-3 Etage bioclimatique	4
I-3-3 Le sol	4
I-4 Localisation de l'huile essentielle du bois de cèdre	5

CHAPITRE II TRAVAUX ANTERIEURS ET DEFINITIONS

II-1	Travaux anterieurs relatifs au cédre	6
II-1-1	Composition chimique des éssences de bois de cédre	6
II-1-1-1	Bois de cédre Marocain	6
II-1-1-2	Bois de cédre Algérien	8
II-2	Proprietes physico-chimiques des éssences de bois de cédre	9
II-2-1	Densite	9
II-2-2	Pouvoir rotatoire	9
II-2-3	Indice de refraction	9
II-2-4	Indice d'acide	10
II-2-5	Indice d'estér	10

CHAPITRE III THEORIE ET PROCEDES D'EXTRACTION

III-1	Facteurs intervenant dans l'extraction	11
III-1-1	La nature ou l'état du soluté	11
III-1-2	La nature du solvant	12
III-1-3	La température	12
III-1-4	Le degré d'agitation	13
III-1-5	L'humidité	13
III-1-6	Concentration résiduaire du soluté	13
III-1-7	Hydromodule	13
III-1-8	La durée d'extraction	13
III-2	Mécanisme de l'extraction par solvant des plantes	14



III-3	Les procédés	15
III-3-1	Extraction par solvant fixe	15
III-3-1-1	L'enflouage	15
III-3-1-2	La macération ou digestion	16
III-3-2	Distillation	16
III-3-2-1	Entraînement à la vapeur	17
III-3-2-2	Distillation à l'eau	17
III-3-2-3	Distillation mixte	18
III-3-2-4	Description de l'appareil distillatoire	18
III-3-3	Extraction aux gaz denses et gaz supercritiques	21
III-3-3-1	Extraction au CO <sub>2</sub>	21
III-3-3-2	Extraction au fréon	24
III-3-4	Extraction par solvants volatils	24
III-3-4-1	Première génération d'appareils	25
III-3-4-2	Extracteur de Bollmann	27
III-3-4-2	Extracteur de la nouvelle génération	29
III-3-4-2-1	Extracteur de type Soxhlet	29
III-3-4-2-2	Extracteur Robert	31

CHAPITRE IV                      EXTRACTION

IV-1	Matière première	35
IV-1-1	Matière végétale	35
IV-1-2	Solvant	35
IV-1-2-1	Ether de pétrole	35
IV-1-2-2	Hexane	36
IV-2	Appareillage et mode opératoire	39

IV-3	Influence des paramètres opératoires	42
	rendement global en extrait	
IV-3-1	Durée d'extraction	42
IV-3-1-1	Conditions opératoires	42
IV-3-1-2	Résultats et interprétations	44
IV-3-1-3	Conclusion	46
IV-3-2	Influence de la granulométrie	47
IV-3-2-1	conditions opératoires	47
IV-3-2-2	Résultats et interprétations	48
IV-3-2-3	Conclusion	51
IV-3-3	Influence de la nature du solvant	52
IV-3-3-1	Conditions opératoires	52
IV-3-3-2	Résultats et interprétations	53
IV-3-4	Variation du débit	57
IV-3-4-1	Conditions opératoires	57
IV-3-4-2	Résultats et interprétations	57
IV-3-4-3	Conclusion	57
IV-3-5	Influence de la variation de la hauteur du lit	60
IV-3-5-1	Conditions opératoires	60
IV-3-5-2	Résultats et interprétations	60
IV-3-6	Influence du diamètre	61
IV-3-6-1	Conditions opératoires	61
IV-3-6-2	Résultats et interprétations	62
IV-4	Conclusion	62

CHAPITRE V                    MODÉLISATION

V 1	Modèle mathématique $R_s = At^B$	64
V 2	Modèle mathématique $R_s = t/(c + D \times t)$	66
V 3	Modèle mathématique $R_s = A(1 - e^{-Bt})$	68
V 4	Conclusion	69

CHAPITRE IV                    APPROCHE ANALYTIQUE DES EXTRAITS

VI 1	Évaluation des propriétés physico-chimiques	71
VI 1-1	Indice de réfraction	71
VI 1-2	Indice d'acide	72
VI 1-3	Densité	73
VI 1-4	Résultats et interprétations	74
VI 2	Détermination du taux de composés entraînable à la vapeur d'eau des extraits	76
VI-2-1	Appareillage et mode opératoire	76
VI 2-2	Résultats et interprétations	78

CONCLUSION	79
------------	----

ANNEXES

BIBLIOGRAPHIES

## LISTE DES FIGURES

- Figure 1 : Principaux composés identifiés dans l'huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas marocain
- Figure 2 : Schéma de l'appareil distillatoire
- Figure 3a : Diagramme de phases du CO<sub>2</sub>
- Figure 3b : Diagramme d'extraction au CO<sub>2</sub>
- Figure 4 : Schéma de d'extracteur Hildebrandt
- Figure 5 : Schéma de d'extracteur de Bollmann
- Figure 6 : Extracteur de type Soxhlet
- Figure 7 : Schéma du diffuseur Robert
- Figure 8 : Schéma du dispositif Shanks
- Figure 9 : Schéma d'un appareil de distillation type T.B.P
- Figure 10 : Purification du solvant
- Figure 11 : Appareillage d'extraction par circulation continue du solvant
- Figure 12 : Schéma de l'évaporateur rotatif
- Figure 13 : Influence de la durée d'extraction
- Figure 14 : Variation de la vitesse instantanées en fonction de la durée d'extraction.
- Figure 15 : Influence de la classe granulométrique sur le rendement global en extrait.
- Figure 16 : Influence de la nature du solvant
- Figure 17 : Variation de la vitesse instantanée en fonction de la durée d'extraction.
- Figure 18 : Influence de la variation du débit sur le rendement global en extrait
- Figure 19 : Modèle mathématique  $R_s = AtB$
- Figure 20 : Modèle mathématique  $R_s = t / C + D \times t$
- Figure 21 : Modèle mathématique  $R_s = A(1 - e^{-Bt})$ .
- Figure 22 : Montage d'entraînement à la vapeur

## LISTE DES TABLEAUX

- Tableau I : Propriétés physico\_chimiques des huiles  
essentiels du cèdre de l'Atlas
- Tableau II : Influence de la durée d'extraction sur le  
rendement global en extrait
- Tableau III : Vitesses instantanées en fonction de la durée  
d'extraction
- Tableau IV : Classes granulométriques
- Tableau V : Influence de la classe granulométrique sur le  
rendement global en extrait
- Tableau VI : Influence de la nature du solvant
- Tableau VII : Vitesses instantanées d'extraction
- Tableau VIII : Variation du débit
- Tableau IX : Influence de la hauteur du lit
- Tableau X : Variation de la hauteur du lit
- Tableau XI : Modèle mathématique  $R_s = A t^B$
- Tableau XII : Modèle mathématique  $R_s = t / ( C + D t )$
- Tableau XIII : Modèle mathématique  $R_s = A ( 1 - e^{-Bt} )$
- Tableau XIV : Modèles mathématiques appliqués aux différentes  
classes granulométriques
- Tableau XV : Propriétés physico\_chimiques des extraits
- Tableau XVI : Taux de composés entraînés à la vapeur d'eau.

## LISTE DES ABREVIATIONS

- A : Variable indépendante
- a : Volume de KOH
- B : Variable indépendante
- C : Variation indépendante
- $d_4^t$  : Densité prise à la température t
- f : Normalité de KOH
- H : Taux d'humidité dans la matière végétale
- IA : Indice d'acide
- I<sup>-</sup> : Indice d'ester
- I<sup>-</sup>(AC) : Indice d'ester après acetylation
- l : Hauteur du lit de particule dans l'extracteur
- m : Masse d'extrait
- $m_{ev}$  : Masse de la traction entraînable à la vapeur d'eau
- $m_s$  : Masse de la matière végétale sèche
- $m_H$  : Masse de la matière végétale humide
- $n_D^{20}$  : Indice de refraction à 20°C.
- RCE : Rendement en composés entraînable à la vapeur d'eau
- $R_s$  : Rendement global en extrait
- $R_s(i)$  : Rendement global en extrait relatif à la classe i
- t : durée d'extraction
- TCE : Taux de composés entraînable à la vapeur d'eau
- $x_i$  : teneur moyenne du constituant i
- $[\alpha]^t$  : pouvoir rotatoire à la température t
- φ : diamètre de l'extracteur

INTRODUCTION

L'une des valorisations possibles des espèces forestières que nous avons envisagé est l'extraction de leurs essences dont l'importance économique est considérable, tant il est vrai qu'elle trouve des applications dans les domaines les plus variés allant des industries alimentaires, aux industries pharmaceutiques en passant par les cosmétiques et les parfums. Notre étude s'est portée sur le bois de cèdre d'Algérie, vue son abondance relative et la haute valeur ajoutée de ses extraits, utilisés dans certains pays pour le traitement de l'asthme et d'autres allergies [1,2].

Les essences contenues dans les tissus végétaux peuvent être extraites aussi bien par entraînement à la vapeur que par hydrodistillation ou par épuisement dans certains solvants [3,4,5].

Parmi ces procédés l'extraction par solvant est de nos jours l'une des méthodes les plus utilisées. A cet effet l'étude du procédé d'extraction du bois de cèdre de l'Atlas par circulation continue d'une fraction pétrolière a été menée, en suivant l'évolution du rendement global en extrait avec la variation de certains paramètres opératoires tels que , la granulométrie, le débit du solvant, hauteur du lit de particules de bois...ect...



CHAPITRE I

APERCU BOTANIQUE

## I.1 Différentes espèces de cèdre de l'Atlas:

Le genre *Cedrus* de la famille des *Abietaceae*, comprend les espèces suivantes, cèdre du Liban, *Deodora* ou cèdre du l'himalaya, cèdre du chypre ou *brevifolia* et le cèdre de l'Atlas ou *Cedrus Atlantica*. [6]

Dans ce qui suit nous décrirons brièvement ces différents espèces:

### I.1.1 *Cedrus Libani*:

C'est une espèce bien connue du grand public, celui-ci est caractérisé par ses feuilles aiguës atteignant 3 à 3,5 centimètres et ses cônes assez gros (8 à 10 centimètres), certaines auteurs croient que le cèdre du liban soit la souche qui aurait donné naissance aux autres espèces. [6]

### I.1.2 *Cedrus Deodora*:

C'est un arbre remarquable pourvu de longues feuilles de 3,5 à 5 centimètres, et de gros cônes de 7 à 12 centimètre souvent violacé avant la maturité; cette espèce peut se trouver dans toutes les régions pastrop froides avec une préférence pour le sud-est français. [6]

### I.1.3 *Cedrus brevifolia*:

C'est une espèce vivant dans les montagnes de la république Chypriote, cet arbre est caractérisé par de faible dimension dans toutes parties, et par une croissance lente. [6]

#### 1.1.4 CEDRUS ATLANTICA: (cèdre de l'atlantic)

Le cèdre de l'atlas est un arbre typiquement nord-Africain, montagnard, sa hauteur peut atteindre 40 à 60 mètres [6] Cette dernière espèce mérite une connaissance bien approfondie étant donné que notre intérêt se porte sur l'extraction de l'essence de son bois

#### 1.2 CARACTERES BOTANIQUE DE LA CEDRAIE ALGERIENNE

Le cèdre de l'Atlas est un arbre monoïque de première grandeur, en massif et pendant la jeunesse le tronc est conique et droit. A l'état isolé et chez les sujets âgés, le cèdre prend la forme tubulaire et tortueuse, son écorce est grise, les feuilles en forme d'aiguilles aigûes isolées sur les pousses de l'année et en rosette sur les rameaux, couleur glauque, celles-ci sont de 1 à 2 centimètres [7]

#### 1.3 ECOLOGIE DU CEDRE

##### 1.3.1 ALTITUDE

##### 1.3.1.1 EN ETAT NATUREL

Essentiellement montagnard, sur le versant nord de l'Atlas blidéen, le cèdre commence à apparaître vers 1300 mètres; Sur le versant sud il débute à 1400 mètres pour monter à 2200 mètres; à Teniet-El-Hed il commence à 1400 mètres [6]

##### 1.3.1.2 EN REBOISEMENT

Il a été introduit à moins de 1000 mètres d'altitude avec succès dans l'Atlas blidéen, son optimum écologique se place vers 1800 mètres d'altitude [6]

### 1.3.2 CONDITIONS CLIMATIQUES

Le cèdre est une essence assez plastique, il est à son optimum sous le climat méditerranéen humide et froid à continentalité déjà un peu accentuée.

D'ailleurs les grands peuplements sont exposés aux vents du nord chargés d'humidité [6]

#### 1.3.2.1 PRECIPITATION

Le cèdre n'est pas trop exigeant en pluviométrie de 500 à 1700 mm/a en zone sèche, il se cantonne sur les sols profonds et fissurés [6]

#### 1.3.2.2 TEMPERATURE

Le cèdre supporte facilement des fortes amplitudes de température, il résiste à  $-25^{\circ}\text{C}$  en atmosphère sèche. La température moyenne optimale se situe entre  $10^{\circ}$  à  $11^{\circ}\text{C}$  [6].

#### 1.3.2.3 ETAGE BIOCLIMATIQUE

Il se trouve dans les étages bioclimatiques différents humides à hivers froids; sub-humides à hivers froids, ou semi-arides à hivers frais. [6].

### 1.3.3 LE SOL

Du point de vue sol, le cèdre est assez plastique, mais il se régénère mal sur les sols argileux, il est indifférent quant à la nature chimique du sol.

Malgré son indifférence vis-à-vis des sols, les sols meubles, caillouteux, profonds et perméables lui sont les plus favorables; en Algérie la gamme des terrains supportant est très variée, mais c'est surtout sur les formations crétacées

qu'on le rencontre, ainsi que sur les grés et quartzites englobés dans les schistes.

En résumé les neuf-dixième des cédres d'Algérie se localisent sur les formations siliceuses et en moindre proportion calcaire.[6].

#### 1.4 LOCALISATION DE L'HUILE ESSENTIELLE DANS LE CEDRE

Les espaces végétales de la famille du cédre sont pourvues de canaux contenant l'huile essentielle, dont les parois sont formées de cellules à sécrétion. Ces canaux sont entourés d'une couche de cellules mortes lesquelles évitent leur aplatissement.

Dans les racines et le tronc cette couche est mince mais dure, les canaux forment un réseau infini dans le tronc et dans les racines, tandis que dans les feuilles ou aiguilles ils ne sont pas nombreux ils sont disposés sur la longueur de la feuille.[6]

CHAPITRE II

TRAVAUX ANTERIEURS ET

DEFINITIONS

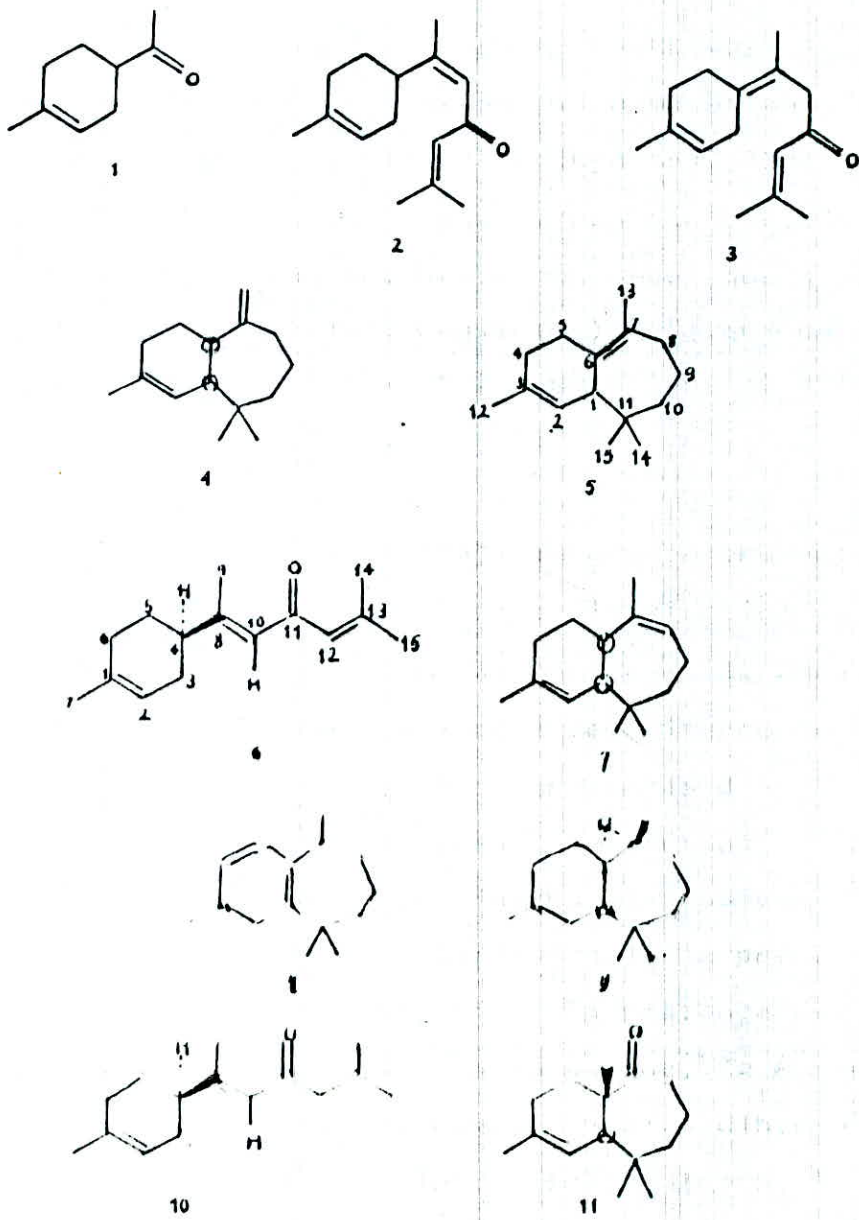
## II.1 TRAVAUX ANTERIEURS RELATIFS AU BOIS DE CEDRE

Parmi les travaux effectués sur les divers types de cèdre existants dans le monde, (Atlas Maghrébin, Himalaya, Virginie, Liban, Texas et Afrique de l'est), certains traitent des propriétés physio-chimiques, d'autres de la composition chimique des huiles extraites de son bois. En fin d'autres études s'intéressent à la structure chimique des constituants de l'huile et à leur synthèse.

### II.1.1 COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES ESSENTIELLES AU BOIS DE CÈDRE DE L'ATLAS.

#### II.1.1.1 BOIS DE CEDRE MAROCAIN

Plusieurs travaux ont été menés dans le but de connaître la composition de l'huile essentielle du cèdre de l'Atlas Marocain, que nous présentons dans un ordre chronologique. En 1902, Grimal [9] signala pour la première fois un constituant de l'huile essentielle du cèdre de l'Atlas; il s'agissait du méthyl -1 acetyl- 4 cyclohexane (1). Au cours des années 1932-1934, A.Pfan et P. Plattner [10-11] signalèrent la présence de l' $\alpha$  - atlantone (2) et du atlantone (3) comme certaines caractéristiques, à la fois dans le cèdre de l'Atlas et dans celui de l'Himalaya. Ensuite en 1961 les deux chercheurs Breden-berg et Erdetmann ont isolé à leur tour l' $\alpha$  et le  $\beta$  himachalène (4) et (5) de l'huile de l'Atlas [12]. Ces sesquitérpènes ont été isolés également de l'huile de l'Himalaya par Sinkh.Dev et Coll [13-14].



*Figure N:1*

PRINCIPAUX COMPOSES IDENTIFIES DANS L'HUILE  
DU BOIS DE CEDRE DE LATLAS MAROCAIN.



Enfin en 1974, Plattner et Tasseire, en essayant d'approfondir leur connaissance sur la structure de l' $\alpha$ -ablanlini ont pu isoler cinq nouveaux sesquiterpènes en l'occurrence le  $\delta$ -himachalène (6), le déhystro-7,8 aryl himachalène (7) l' $\alpha$ -epoxy-6,7 himachalène-2,3 (8), la dihydro-12,13 trans- $\alpha$ -atlantone (9) et une cétone sesquiterpénique bicyclique dont la structure exacte n'a pu être déterminée sauf quelques propositions telles que la formule (11). [15]. qui serait due à un réarrangement de l' $\alpha$ -epoxy-6-7 himachalène-2,3 (9).

### II.1.1 BOIS DE CEDRE ALGERIEN

En 1989 Boumghar. M.Y [16] signala la présence dans l'huile essentielle du bois de cèdre Algerien les corps suivants: l' $\alpha$ -himachalène, l' $\alpha$ -caryophyllène, le  $\beta$ -himachalène, l'epoxyde du  $\beta$ -himachalène, l'alcool sésquiterpénique 1, l'alcool sésquiterpénique 2, l'isomère de la  $\beta$  atlantone, la déodorone, le  $\beta$  atlantone, le trans  $\alpha$ -atlantone, l'aromatique d'himachalène, l'aromatique de dihydro-himachalène.

Puis en 1990 Benyoussef - E.H [17] signala la présence dans l'extrait du bois de cèdre Algerien. La présence des corps suivants: l' $\alpha$ -himachalène, le  $\beta$ -himachalène, le  $\beta$ -himachalène, l'epoxy-himachalène, le  $\alpha$ -calarovène, le 7,8 dihydro-aryl himachalène, le  $\beta$  atlantone, le cis  $\alpha$ -atlantone, le trans  $\alpha$ -atlantone, le diméthryl 2,7 octanone 4 et le diméthryl 2,7 octanol 7.

Et il a constaté en outre la présence de sesquiterpènes de formule chimique  $C_{15}H_{24}$  et  $C_{15}H_{22}$  et d'autres sésquiterpènes oxygénés.

## II.2 PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUE DES HUILES ESSENTIELLES.

Toutes essences végétale est caractérisée par un certain nombre de grandeurs physico-chimiques définissant sa qualité, dont nousrappelons brièvement les définitions.

### II.2.1 DENSITE: $d_4^t$

C'est le rapport du poids d'un certain volume de corps au poids du même volume d'eau, elle se designe par un symbole tel que  $d_4^t$  qui signifie densité du corps à température  $t$  par rapport à l'eau prise à  $4^\circ\text{c}$  son maximum de densité [18].

### II.2.2 POUVOIR ROTATOIRE:

Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle, est l'angle exprimé en milliradians ou en degrés, dont tourne le plan de polarisation d'une lumière de longueur d'onde  $589.3 \pm 03$  nm (raies D du sodium) lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100 millimètres d'échantillon prise à une température  $t$  [19].

### II.2.3 INDICE DE REFRACTION:

L'indice de réfraction d'une huile essentielle est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence est le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde  $589.3 \pm 03$  nm (radration  $D_1$  et  $D_2$  du spectre de sodium), passant de l'air dans l'échantillon, maintenu à une température constante.

La température de référence est de  $20^\circ\text{c}$  [20].

#### II.2.4 INDICE D'ACIDE: IA

C'est le nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de substance [21].

#### II.2.5 INDICE D'ESTER: IE

C'est le nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour réaliser la saponification totale ésters-sels contenus dans un gramme de substance [8].

TYPE (REGIONS)	d		n	I	I	I (AC)
ALGERIE [16]	0,9487	+42 2'	1,5095	2,24	3,24	
	0,9604	+42 7'	1,5155	2,94	3,70	
ALGERIE [17]	1,0086		1,5096	13,7		
	1,0351		1,5178	19,1		
MAROC [22]	0,945	+43 0'	1,512	SUP A	3 A 11	16 A 30
	0,968	+62 0'	1,517	2		
MAROC [23]	0,9384	+35 2'	1,5061	0,50	3,75	28,26
	0,9587	+49 1'	1,5132	2,16	8,86	40,01
MAROC [24]	0,939	+45 0'		SUP A	SUP A	28 A
	0,945	+55 0'		1	20	40

\* : I<sup>o</sup> (AC) : Indice d'ester après acétylation.

CHAPITRE III

THEORIE

ET PROCÉDES D'EXTRACTION

### III.1 FACTEURS INTERVENANT DANS L'EXTRACTION

#### III.1.1 NATURE OU ETAT DU SOLIDE ET DU SOLUTE

La nature et l'état physique du solide et du soluté ont une importance primordiale et déterminante dans le mécanisme de transfert de matière [25].

En effet la charge à traiter se présente sous forme de fragments de consistance et de taille variées, le soluté contenu dans ces corps est soit un solide, soit un liquide stable ou non à la chaleur ou à l'atmosphère réparti plus haut moins régulièrement à des teneurs variables dans le solide.

- Si le soluté est dispersé uniformément dans le solide, les parties superficielles sont dissoutes en laissant un solide poreux, le solvant doit ensuite pénétrer cette couche extérieure avant d'atteindre le soluté situé en profondeur, rendant le cheminement du solvant de plus en plus difficile, ce qui traduit par une diminution de la vitesse d'extraction.

- Lorsque le soluté se trouve à une teneur importante dans le solide, la structure poreuse peut être détruite pour dissolution du soluté avec production de fines particules, rendant la dissolution ultérieure du soluté plus facile.

- Dans les matières végétales le soluté est généralement occlus dans les cellules, d'où il est extrait par un mécanisme de dialyse ou de diffusion capillaire à travers les parois cellulaires [26].

Du point de vue dimension des particules de la charge végétale, plus la matière est divisée finement et plus la surface d'échange est grande et plus le parcours moyen du soluté est petit; or la division du solide n'est pas une règle générale pour le traitement des matières organiques tels que

certaines copeaux de bois (le pin); en effet pour l'extraction des concrètes il est important de savoir où se situent les dépôts d'huile essentielle avant d'envisager une division de la matière végétale.

Cette dernière est recommandée pour l'extraction des végétaux dont les dépôts sont endogènes, car elle permet au solvant de les atteindre facilement; par contre pour les végétaux à dépôts exogènes la division très fine est à éviter, car il y a une perte de l'huile essentielle [27].

### III.1.2 NATURE DU SOLVANT

Le solvant doit être sélectif, posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée, une faible viscosité et être si possible non toxique et ininflammable et non explosif.

Un bon solvant, sélectif et volatil fournit des solutions riches en soluté désiré tout en réduisant les opérations d'évaporation et de purification.

Le choix d'un solvant à faible viscosité et de masse volumique peu élevée est recommandé pour faciliter la diffusion du solvant [26].

### III.1.3 TEMPERATURE

L'élévation de la température permet généralement l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et de la diminution de la viscosité de la solution.

La température opératoire est limitée par des risques d'extraire des composés nuisibles, par les risques de dégradation thermique du soluté et par la sécurité de l'installation: risque d'incendie [26].

#### III.1.4. DEGRE D'AGITATION

L'agitation mécanique des particules dans le solvant qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu a un effet toujours favorable sur l'opération. [26]

#### III.1.5 HUMIDITE

Lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité varie en sens inverse de la teneur en eau du solide [26].

#### III.1.6 CONCENTRATION RESIDUAIRE EN SOLUTE

La vitesse d'extraction varie en sens inverse du taux de saturation [26].

#### III.1.7 HYDROMODULE

Ce terme signifie le rapport entre la masse de la matière végétale et le volume du solvant; ainsi le rendement serait plus élevé en utilisant une grande quantité de solvant étant donné qu'on empêche la saturation de la solution en soluté [28].

#### III.1.8 LA DUREE D'EXTRACTION

Etant donné que le solvant est en mesure d'extraire non seulement le produit désiré mais aussi d'autres composés, il est conseillé d'arrêter l'extraction à un moment donné pour obtenir un produit de meilleur qualité.

La durée de l'extraction envisagée est alors comprise entre le rendement et la qualité de l'huile [26].

### III.2 MECANISME DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT DES PLANTES

L'extraction des matières végétales par solvant pour l'obtention des produits aromatiques est un processus assez complexe basé sur le phénomène de transfert de matière. La forme simplifiée d'un tel processus peut être résumée en quatre étapes:

- Pénétration du solvant dans le tissu végétal.
- Dissolution des substances s'y trouvant.
- Transfert de la matière extraite à travers les membranes cellulaires.
- Diffusion de la matière extraite de la surface du végétal vers le solvant non saturée [29].

En étudiant l'extraction par solvant des matières oléagineuses, Angeledis et Coll [30] décrivent le mécanisme d'extraction comme suit:

- La première phase comprend la dissolution de l'huile située à la surface et son voisinage immédiat par le solvant.
- La seconde phase est contrôlée par la diffusion de l'huile à l'intérieur des pores, lesquels entre temps ont été remplis de solvant. Pendant cette phase la vitesse d'entrée du solvant dans les pores est plus importante que la vitesse de diffusion et la quantité extraite dépend de cette dernière.
- La troisième phase consiste en un écoulement du solvant contenu dans les espaces vides restants des pores capillaires. Leurs dimensions étant très petites, l'écoulement est lent et par conséquent celui qui contrôle la vitesse du processus durant cette phase et non la diffusion.

Ce mécanisme est valable à notre avis, à condition de tenir compte de la localisation de l'huile dans le végétal.



### III.3 LES PROCÉDES D'EXTRACTION

L'extraction solide liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer ou de dissoudre dans un liquide ou par arrosage par un liquide un ou plusieurs composants solides ou liquides mélangés à un solide. Les opérations d'extraction solide-liquide regroupent plusieurs méthodes différentes énumérées ci-après:

#### III.3.1 EXTRACTION PAR SOLVANT FIXE

Les solvants fixes utilisés pour l'extraction des huiles essentielles sont principalement des matières grasses, la graisse animale l'huile d'olive, paraffine et d'autres solvants.

L'extraction par solvant fixe regroupe plusieurs procédés d'extraction présentés comme suit:

#### III.3.1.1 L'ENFLEURAGE

C'est la mise en contact plus ou moins prolongé à froid d'un solide dans un solvant en vue d'extraire les parties solubles [28].

L'extraction à froid par enfleurage est celle qui conduit aux matières odorantes les plus fines, elle donne le meilleur rendement avec certaines fleurs comme le jasmin, les tubéreuses dont le parfum continue de se produire après la récolte. [31]

Les fleurs sont délicatement déposées une à une sur des plaques de verre recouvertes de matière grasse.

On obtient en fin d'opération une graisse saturée en huile essentielle appelée pommade. [32]

### III.3.1.2 MACERATION OU DIGESTION

C'est un enflourage à chaud. Cette opération et l'enflourage sont utilisés particulièrement en pharmacie et en parfumerie. La chaleur utilisée a pour effet d'augmenter leur pouvoir absorbant.

En effet les fleurs à épuiser sont introduites dans la matière grasse fondue vers 50 à 70 degrés, en rémuant constamment, on laisse en contact 12 à 48 heures et on renouvelle la charge de fleurs 10 à 15 fois jusqu'à ce que la pommade ait la richesse voulue.

Finalement la pommade est décantée de l'eau de végétation apportée par les fleurs; les fleurs épuisées sont passées à la presse ou traitées par solvant volatil. [32]

### III.2.2 DISTILLATION

La distillation est un procédé de séparation des constituants d'un mélange qui est basé sur la différence de leur volatilité ou de leur tension de vapeur.

La distillation à la vapeur est une technique dans laquelle la vapeur d'eau est en contact avec le mélange à distiller.

Il est communément assuré que la vapeur pénètre les tissus de la plante vaporise toutes les substances volatiles. [33]

Aussi, s'est-il développé dans l'industrie des huiles essentielles une technologie qui distingue trois types de distillation:

- Entraînement à la vapeur d'eau
- Distillation à l'eau
- Distillation mixte

### III.2.2.1 ENTRAÎNEMENT A LA VAPEUR D'EAU

Elle est connue aussi sous le nom de distillation direct à la vapeur.

De la vapeur fraîche, saturée ou surchauffée est fréquemment à des pressions plus hautes que l'atmosphère, est introduite en dessous de la charge végétale placée sur un plateau perforé.

Après que la plante soit soigneusement préparée, une partie de l'huile essentielle est seulement présente à la surface de la matière et est immédiatement extraite par la vapeur, le reste de l'huile arrive à la surface une fois que la vapeur diffuse à travers la couche du tissu de la plante.

La distillation de la plante par entraînement à la vapeur est régie par le phénomène de diffusion et principalement par le phénomène d'osmose.

Les produits ainsi extraits sont séparés par simple décantation [34]

### III.2.2.2 DISTILLATION A L'EAU [35 - 36]

Dans ce type d'opération la matière végétale est en contact direct avec l'eau bouillante, elle peut flotter ou être complètement immergée dans l'eau, dépendant de sa densité et de la quantité de la matière mise par charge.

L'eau est amenée à l'échantillon par chauffage direct par l'une des méthodes usuelles: (feu direct); la principale caractéristique est le contact direct entre la matière végétale et l'eau bouillante contrairement à l'opération distillation par entraînement à la vapeur d'eau.

### III.2.2.3 DISTILLATION MIXTE [7 - 37]

Dans ce cas de distillation, la matière végétale n'est pas en contact direct avec l'eau de l'appareil distillatoire mais plutôt avec la vapeur externe, cette dernière est produite par une génératrice de vapeur externe, traverse l'eau afin de chauffer, et arrive au niveau de la charge.

Quand cette méthode est utilisée, la matière végétale est sur un plateau perforé, la partie basse de l'appareil est remplie d'eau jusqu'à un niveau qui est au dessous du plateau.

Les caractéristiques de cette méthode sont énumérées ci-dessous :

- La vapeur est toujours complètement saturée, fraîche et jamais surchauffée.
- La plante est au contact avec la vapeur seulement et non avec l'eau bouillante.

Cependant certains inconvénients découlent de cette méthode à savoir :

- La perte en éléments volatils est importante au niveau du décanteur fonctionnant à l'air libre.
- Les constituants hydrosolubles présents en quantité très importante dans les essences ne sont récupérables que par extraction des condensats avec un solvant organique.

### III.2.2.4 DESCRIPTION DE L'APPAREIL DISTILLATOIRE (FIG 2)

Nous examinerons les différentes parties essentielles composant cette installation en l'occurrence la génératrice de vapeur ou chaudière, le distillateur ou alambic est enfin le condenseur.

- ① ② GENERATRICE DE VAPEUR D'EAU
- ③ COL DE CYGNE
- ④ ALAMBIC
- ⑤ ENTREE D'EAU
- ⑥ CHAPITEAU ⑦ CONDENSEUR

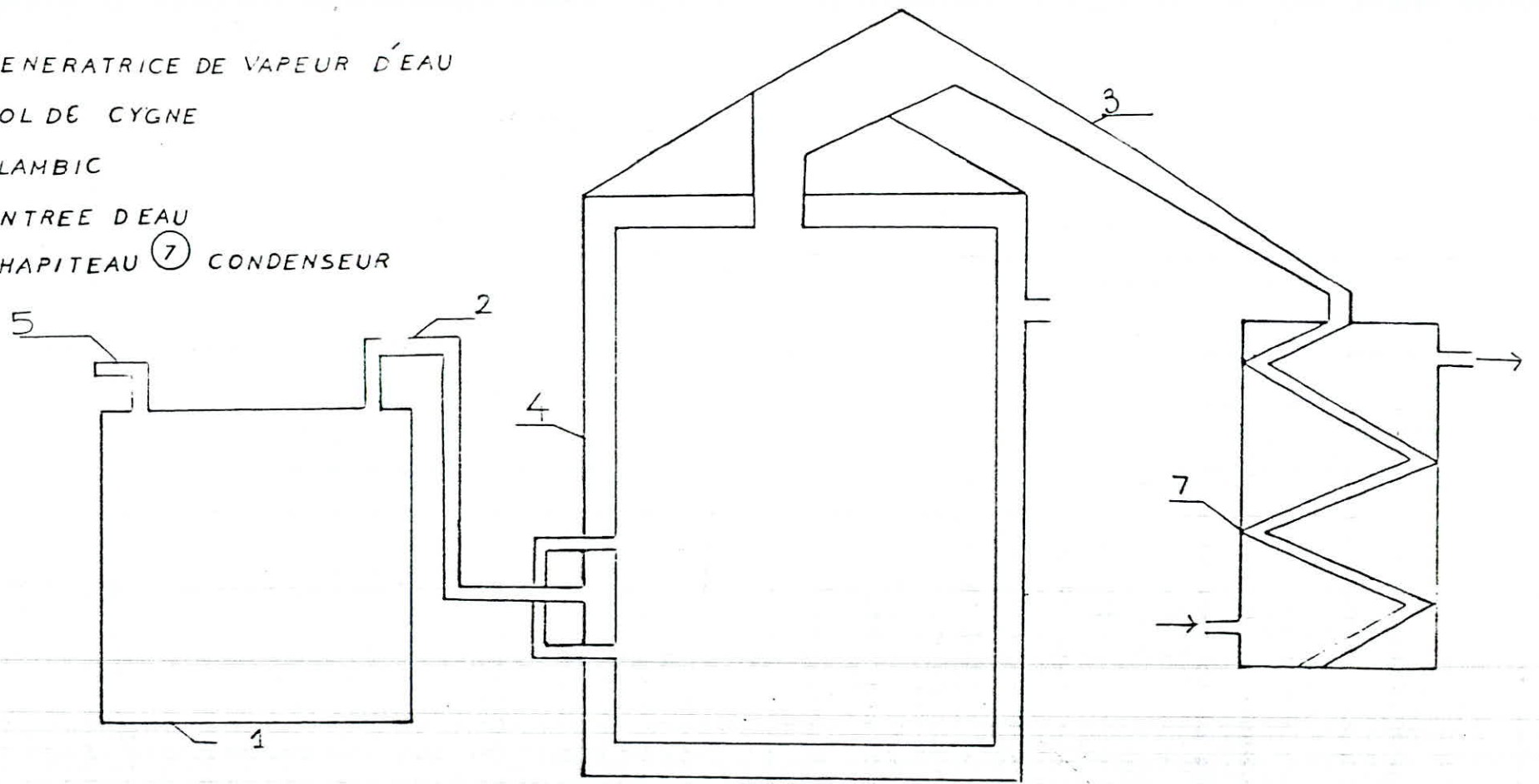


Figure-2 Schema de l'appareil distillatoire

La chaudière se présente sous forme d'un bac parallélépipédique surmonté à sa partie supérieure d'une sortie de vapeur commandée par une vanne et d'une soupape de sécurité.

Le contrôle du niveau d'eau de la chaudière est assuré par un tube en caoutchouc fixé le long de la paroi latérale externe du bac.

Quand à l'alambic, il sert avant tout de récipient recevant la matière végétale, il présente deux parties: l'une cylindrique: cucurbile, l'autre cônica: chapiteau se terminant par une conduite de mélange de vapeur (eau + huile) nommée col de Cygne.

Enfin, le condenseur est un échangeur de chaleur qui a pour rôle de refroidir et de condenser la vapeur venant de l'almbic.

### III.2.3 EXTRACTION AUX GAZ DENSES ET GAZ SUPERCRITIQUES

#### III.2.3.1 EXTRACTION AU CO<sub>2</sub>

Lors de l'entraînement à la vapeur d'eau et de l'hydrodistillation, la matière végétale est exposée à une température relativement élevée pouvant conduire à des artefacts dus essentiellement aux phénomènes de fragilité thermique est d'hydrolyse de certains composés de l'huile essentielle; pour cela on fait appel à l'extraction au moyen d'un solvant sélectif à bas point d'ébullition. Cette nouvelle technique d'extraction à basse température utilise principalement le dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) comme solvant. Les conditions opératoires optimales sont déterminées expérimentalement pour chaque produit naturel.

Examinons tout d'abord, comme le montre le diagramme des phases de la figure 3a. Les différents états physiques observés pour le CO<sub>2</sub> sous l'effet conjugué de la pression et de la température entre 0 degré et 70 degré c. On distingue trois phases: gaz, liquide et fluide supercritique représentant un état intermédiaire entre l'état liquide et l'état gazeux. Dans des intervalles définis de pression et de température autour du point critique ayant pour coordonnées 31,3 degré c et 1071PSI (73 ATM). A partir de là, nous pourrions affirmer que l'extraction au CO<sub>2</sub> peut s'effectuer de deux manières soit au CO<sub>2</sub> liquide soit encore au CO<sub>2</sub> super critique.

En effet, la première cite convient bien aux substances volatiles des matières végétales et produits naturels. Quant à la seconde elle intéresse en particulier, les composés de faible volatilité ou de stabilité thermique limitée.

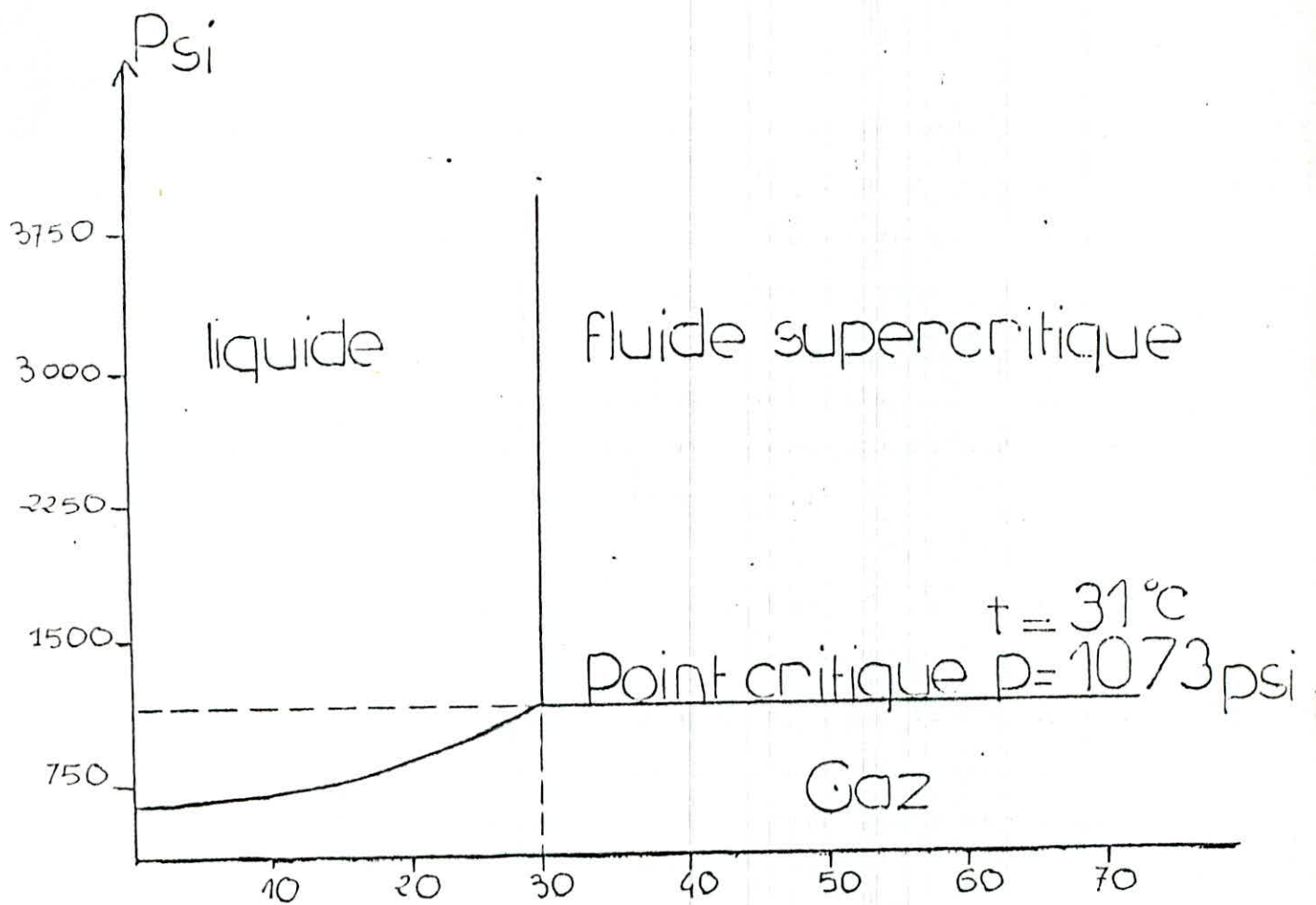


Figure-3-a Diagramme de phase du CO<sub>2</sub>

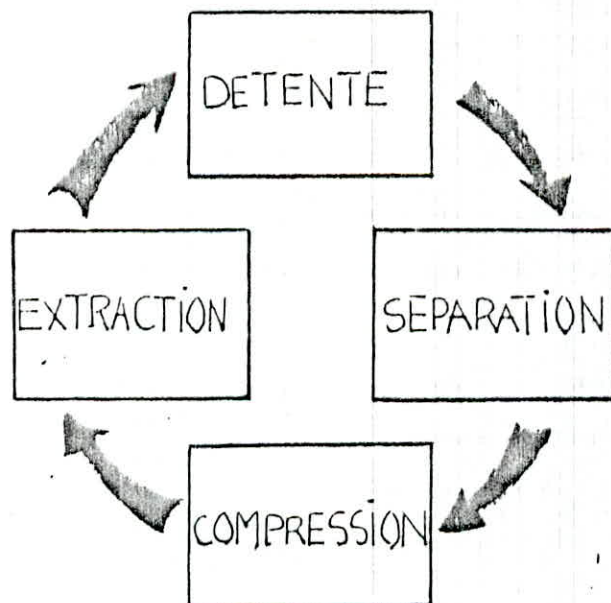


Figure-3-b Diagramme d'extraction au CO<sub>2</sub>



Cette méthode d'extraction qui ne cesse de se développer et de concurrencer les méthodes conventionnelles d'entraînement à la vapeur est l'extraction par solvant, trouve déjà de nombreuses applications notamment dans les industries alimentaires, pharmaceutiques, pétrochimiques et de la chimie fine.

Comme avantages de cette méthode on peut citer :

- La bonne solubilité de la majorité des constituants d'une matière végétale ou d'un produit semi-fini

- La bonne récupération des constituants des huiles essentielles par évaporation, produits obtenus sans trace de solvants.

- Facilité de manipulation compte tenu de sa basse température critique  $31,3^{\circ}\text{C}$  et de sa pression critique 1071PSI.

- Le  $\text{CO}_2$  n'est ni toxique, ni inflammable et il est disponible à bon marché et grande pureté [36].

Le principe du procédé tel que schématisé sous forme de cycle sur la figure -3b-, repose sur la bonne solubilité dans le dioxyde de carbone de la majorité des constituants.

Le  $\text{CO}_2$  pur liquide ou supercritique, selon les cas, est introduit dans l'extracteur (1) préalablement rempli de matière végétale ou de produit semi-fini, et où règne les conditions opératoires optimales de pression et de température. Après absorptions des constituants, la solution de  $\text{CO}_2$  saturée d'extrait subit une détente dans l'enceinte (2) avec réduction de pression et de température; avant d'être envoyée dans le séparateur (3), pour la condensation des produits et l'élimination du solvant ( $\text{CO}_2$ ) qui après purification dans un piège, utilisant du charbon et recompression dans le compresseur (4) est recyclé et introduit dans l'extracteur.

### III.2.3.2 EXTRACTION AU FORANE:

Le forane 113 ou le 112 trichloro 1.2.2 trifluoroéthane permet de valoriser le substrat végétal, notamment d'exploiter son potentiel chimique et de répondre au concept de raffinage végétal que nous définissons comme une séparation séquencée, sans dégradation des différents constituants d'une plante. Le forane 113 chargé en extraits végétaux est soumis à une distillation avec entraînement à la vapeur avec entraînement auxiliaire d'azote. La mise en oeuvre consiste à chauffer le mélange à 47°C (température d'ébullition du forane 113) tout en maintenant un bullage d'azote à travers un diffuseur, les vapeurs du forane 113 sont entraînées par l'azote vers deux condenseurs à liquide cryogéniques maintenus à -20°C, le solvant est ainsi récupéré. La phase concrète est ensuite fractionnée. Dans une première série d'expérimentations, cette opération est réalisée par extraction liquide; au moyen d'un alcool tel que l'éthanol, le solvant est ensuite éliminé par évaporation sous vide. Dans une deuxième série d'expérimentations, le fractionnement a lieu par entraînement à la vapeur. L'extraction au forane 113 peut être réalisée dans un simple appareil tel que un extracteur de type-soxhlet-et même dans certains autres extracteurs à l'échelle industrielle [38]

### III.2.4 EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS:

C'est Robiquet qui le premier a proposé pour l'extraction des fleurs, l'emploi des dissolvants volatils dans un mémoire publié en 1835 [22].

Aujourd'hui l'extraction par solvant volatil est la plus usitée, malgré l'efficacité de l'extraction par dioxyde de carbone.

Pour ce qui est des procédés, l'épuisement de la matière végétale s'effectue tant à froid qu'à chaud au moyen de solvants organique tels que: L'hexane, l'heter de petrole, toluène, ou bien même avec des mélanges binaires.

En effet le solvant dissout non seulement l'huile essentielle mais aussi diverses substances et notamment les cires. Après distillation du solvant on obtient une masse cireuse appelée essence concrète, mélange d'huiles essentielles et de cires, qu'on traite par l'alcool pour dissoudre l'huile essentielle et laisser les cires insolubles; l'alcool est ensuite récupéré [38].

L'extraction par solvant volatil utilise plusieurs appareillages qu'on présentera comme suit:

#### III.2.4 PREMIERE GENERATION D'APPAREILS

##### III.2.4.1.1 EXTRACTEUR A VIS HILDEBRANDT (fig-4-)

Il fut pratiquement un des tous premiers extracteurs en continu; on construit encore actuellement cet appareil pour les installations de petite et moyenne production. Il se compose de deux tours verticales cylindriques équipée chacune d'une vis transporteuse, les deux tours sont reliées par la base grace à une vis, ces vis sont perforées et tournent à une vitesse très régulière; la matière végétale est introduite par un distributeur dans la tour la plus basse et est entainée lentement vers le bas par l'intermédiaire de la vis, la vis inférieure reprend la matière et la dirige vers le bas de la vis de la plus haute tour, dans l'aquelle elle est remontée lentement vers la tête de l'extracteur.

- ① ENTREE DE LA CHARGE VEGETALE
- ② FILTRE
- ③ SORTIE DU MISCELLA
- ④ RESPIRATIO DE L'APPAREIL
- ⑤ ENTREE DU SOLVANT
- ⑥ SORTIE DE LA CHARGE VEGETALE DESHUILÉES

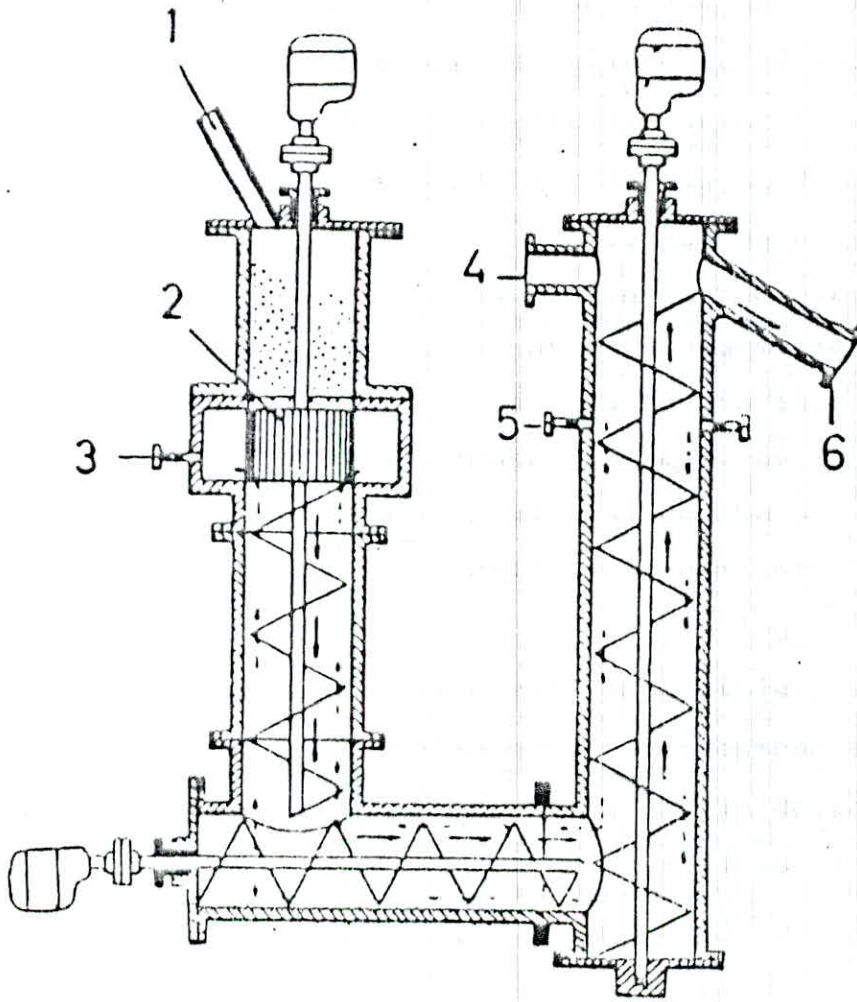


Figure 4 Extraction Hildebrandt

Le solvant circule à contre-courant de la matière végétale et est introduit en tête de la tour la plus grande, circule dans la vis horizontale de liaison avant de passer dans la tour la plus basse, le miscélla soit en tête de cette tour après passage préalable d'un tamis filtrant [22-25].

#### III.2.4.1.2 EXTRACTEUR DE BOLLMANN (fig-5)

C'est un appareil utilisant le principe de percolation. Il est constitué d'une enveloppe métallique de 17 à 20 mètres de hauteur, à l'intérieur de laquelle se déplacent des paniers perforés de grande dimensions, la matière végétale est amenée successivement dans chaque panier et soumise dans le premier panier à l'action du solvant jusqu'à son déchargement après égouttage. La circulation du solvant et de la matière végétale ne se fait à contre courant que dans la partie ascendante au sommet de laquelle le solvant frais est amené au contact du panier contenant la matière la plus épuisée. Ce solvant s'écoule jusqu'au bas de l'appareil en traversant successivement tous les paniers. Le miscélla léger est remonté à l'aide d'une pompe au dessus du panier dont le chargement vient d'être effectué; il continue à se concentrer en s'écoulant au travers des paniers de la partie descendante de l'appareil et le miscélla final est recueilli au bas de cette partie [22-25].

A ARRIVÉE DE LA CHARGE VÉGÉTALE .

B ARRIVÉE DU SOLVANT .

C ARRIVÉE DU MISCELLA . I

D SORTIE DU MISCELLA . II

E SORTIE DU MISCELLA II  
(CONCENTRÉ) .

F SORTIE DES VÉGÉTAUX  
ÉPUIÉS .

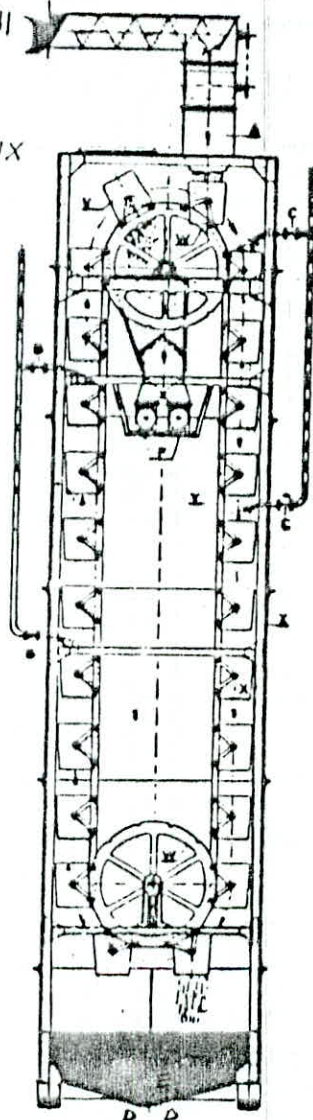


Figure-5 Extracteur de Bollmann

### III.2.4.2 EXTRACTEURS DE LA NOUVELLE GENERATION

#### III.2.4.2.1 EXTRACTEUR DE TYPE SOXHLET (fig 6)

Le corps de l'extracteur contenant une cartouche remplie de la substance végétale (charge) est fixé à la partie supérieure (du Soxhlet) ou à l'intérieur (Kumagawa) d'un réservoir de solvant et est surmonté d'un réfrigérant.

Le solvant est vaporisé puis condensé, et traverse le lit de solide par percolation pour donner une solution qui est ou saturé périodiquement par l'amorçage d'un siphon.

La solution du ballon s'enrichit petit à petit en soluté et le solide est toujours mis en contact avec du solvant fraîchement distillé: [27]

- ① REFRIGERANT
- ② SOLVANT
- ③ CHARGE VEGETALE
- ④ BALLON
- ⑤ SOLUTION RICHE EN HUILES

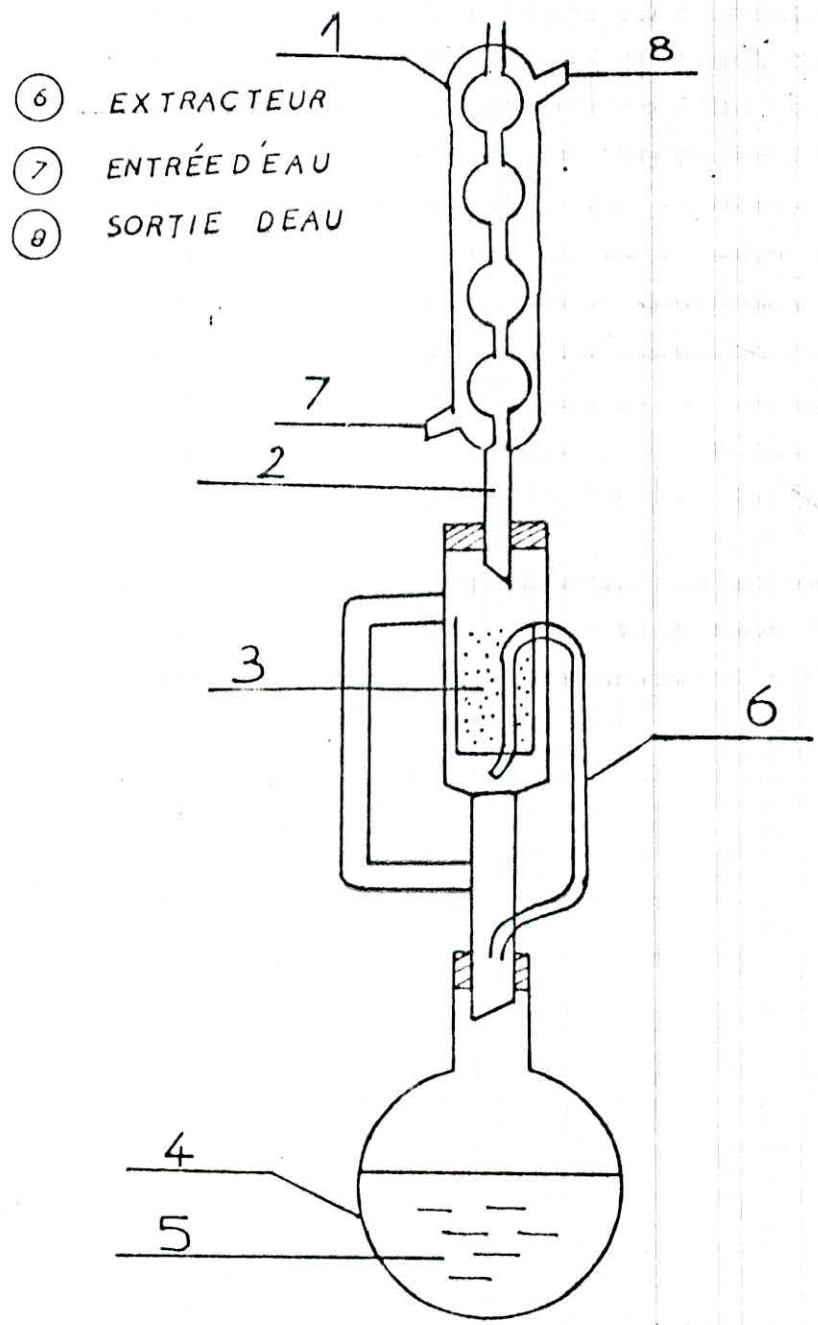


Figure 6 Extracteur Soxhlet



### III.2.4.2.2 EXTRACTEUR ROBERT (fig-7-)

Il est utilisé pour l'extraction à chaud du sucre de betterave, des tannins et de certains produits pharmaceutiques. Dans un montage en batteries à plusieurs éléments tel le dispositif de Shanks [fig 8], à chaque diffuseur est adjoint un préchauffeur utilisé pour le chauffage du solvant au moyen de la vapeur issue des évaporateurs de concentration.

Le dernier étage ou diffuseur  $D_n$  contient des cosettes très épuisées sur lesquelles on envoie de l'eau pure, et le premier étage diffuseur  $D_1$  renferme une charge végétale très peu épuisée en début d'extraction, sur laquelle percole une solution riche en soluté venant de l'étage suivant.

La mise en circuit d'un diffuseur contenant une charge fraîche (diffuseur  $D_0$ ) se fait ainsi: La solution riche s'écoulant à la base du diffuseur  $D_1$  après percolation passe dans le caloriseur qui le suit de bas en haut puis dans le caloriseur du diffuseur  $D_0$ , de haut en bas et, dans ce dernier diffuseur, de bas en haut.

Ce procédé d'immersion complète par du solvant chaud est préférable à la percolation, car il permet l'élimination par une soupape, à la partie supérieure, de l'air occlus dans les cosettes. [25]

- ① TROU D'ALIMENTATION EN SOLVANT
- ② PANIER
- ③ PASSOIRE OU TAMIS
- ④ TROU DE SORTIE DE SOLUTION

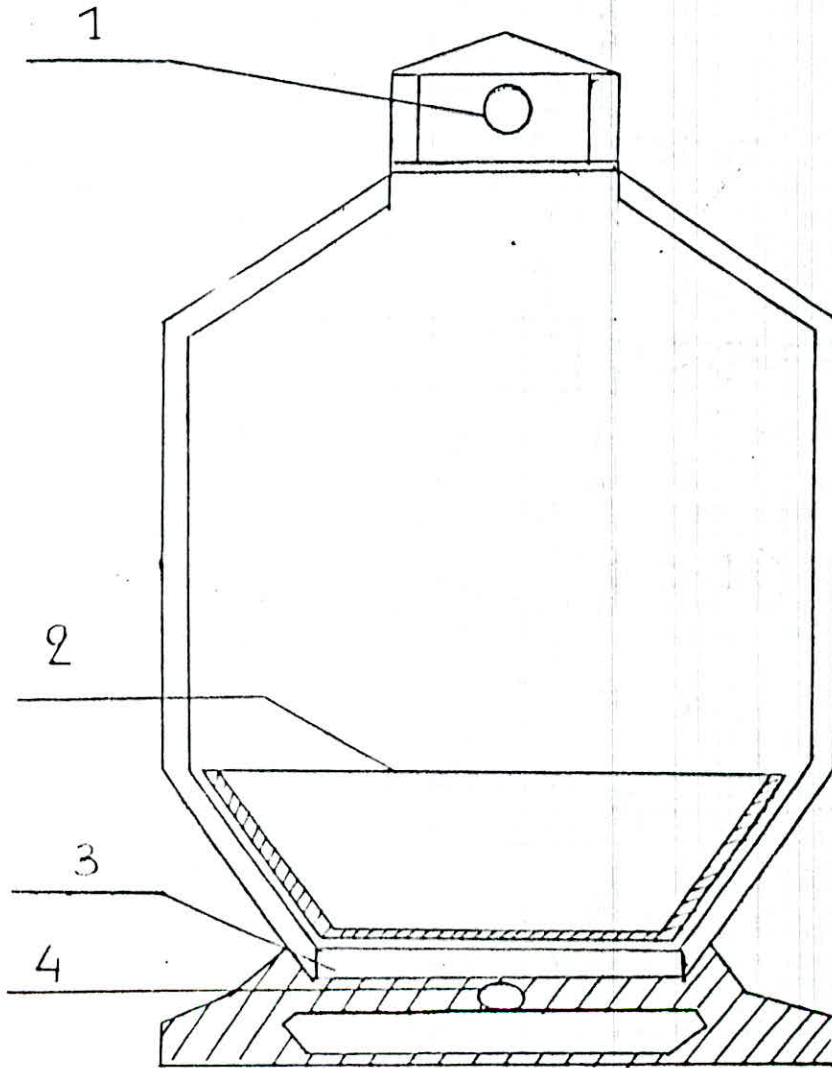


Figure 7 Diffuseur Robert

- ① SOLUTION RICHE
- ② VAPEUR
- ③ AIR OCCLUS
- ④ EAU PURE
- ⑤ VERS (N-1)<sup>e</sup> DIFFUSEUR
- ⑥ SOLUTION FORTE
- ⑦ DIFFUSEUR ROBERT
- ⑧ COSETTE EPUISÉE

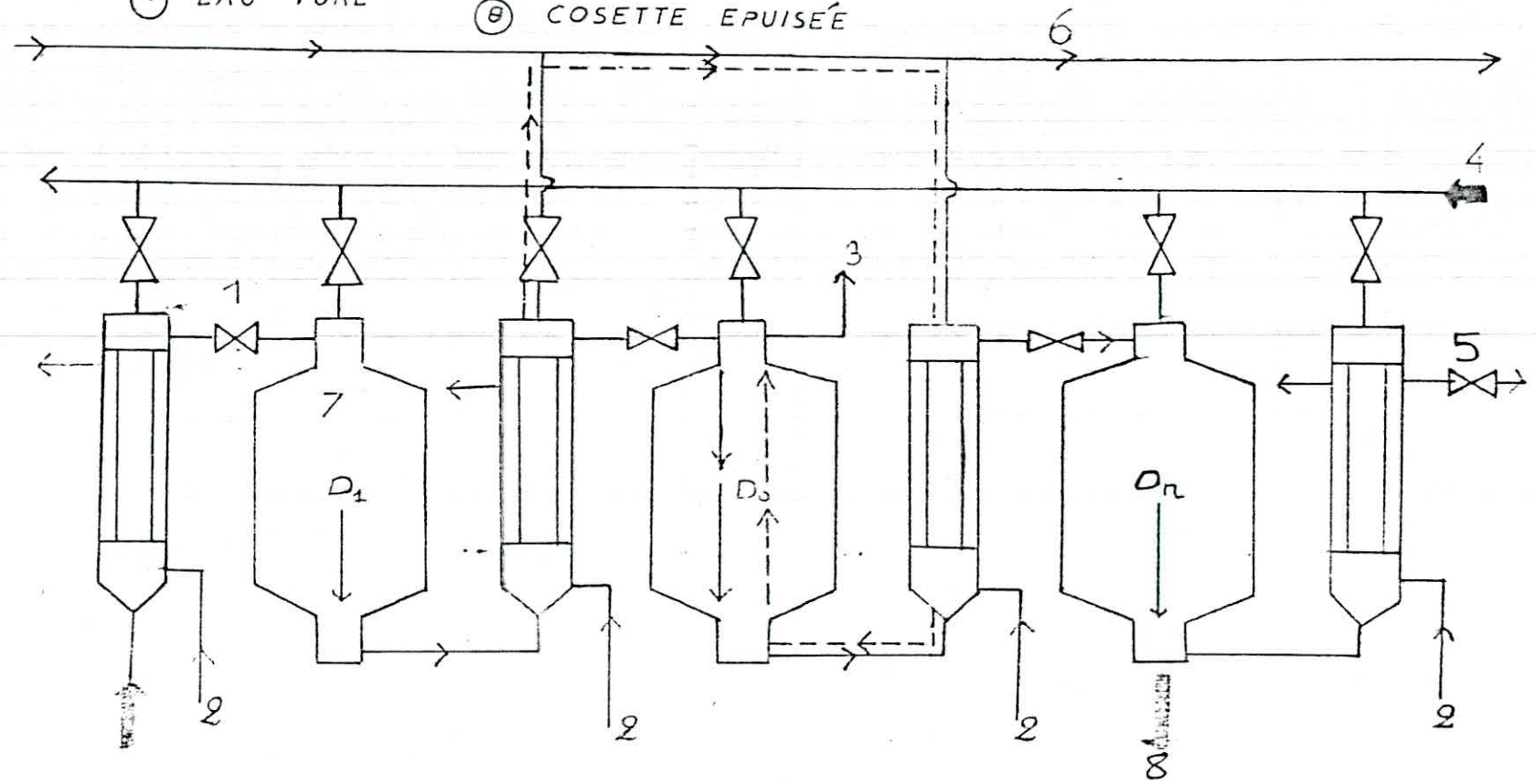


figure-8 - Dispositif Shanks

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV

EXTRACTION

Comme il a déjà été mentionné, notre étude porte sur l'influence de certains paramètres opératoires sur le rendement global en extrait, lors d'une extraction par circulation du solvant.

Ainsi nous étudierons:

-L'influence de la durée de contact solvant\_matière végétale.

-L'influence de la granulométrie du bois.

-l'influence de la nature du solvant.

-l'influence du débit de solvant.

-l'influence de la hauteur du lit.

-l'influence du diamètre de l'extracteur.

#### IV-1 Matière première

Dans cette partie nous présentons la nature et l'origine des matières utilisées pour la réalisation de nos essais.

##### IV-1-1 Matière végétale

Pour réaliser les expériences nous avons utilisé une portion de tronc d'arbre mort provenant de la cédraie de chréa (Willaya de blida); dont les caractéristiques géographiques sont :

- Altitude : 1500 mètres .
- Pente : 50 degrés
- Exposition : sud.

L'age de l'arbre est de 82 ans, ce qui représente approximativement l'age moyen de cette cédraie [40]

La masse de bois utilisé est réduite en lamelles de 0,1 millimètres d'épaisseur.

##### IV-1-2 Solvant

Dans notre étude deux solvants ont été utilisés

###### IV-1-2-1 Ethère de pétrole

A partir d'une essence légère provenant de la raffinerie d'Alger (Sidi-Rzen) et par le biais d'une distillation TBP nous avons obtenu une fraction-40 - 84°C que nous utiliserons comme solvant lors de nos extractions. Le choix d'une telle fraction est dû au bon rendement en la fraction elle-même lors de la TBP et en essence végétale lors de l'extraction [41].

En effet cette opération s'effectue à l'aide d'un montage de distillation de type TBP (fig 9).

L'essence est mise dans un ballon chauffé; au début de l'opération tous les composés dont la température d'ébullition est inférieure à 40°C sont récupérés dans une même éprouvette; ensuite nous récupérerons dans une autre éprouvette tous les composés dont la température d'ébullition est inférieure à 84°C.

Les caractéristiques d'une telle fraction sont:

- Densité  $d_4^{20}$  : 0,6450
- Indice de réfraction  $n_D^{20}$ : 1,3340
- Température initiale: 40°C et température finale 84°C

#### IV-1-2-2 Hexasane

Avant son utilisation l'hexasane a été purifié dans un simple appareil de distillation (fig 10)

Les caractéristiques de l'hexasane ainsi obtenues sont:

- Densité  $d_4^{20}$ : 0,6839
- Indice de réfraction  $n_D^{20}$ : 1,3782
- Température d'ébullition: 68°C



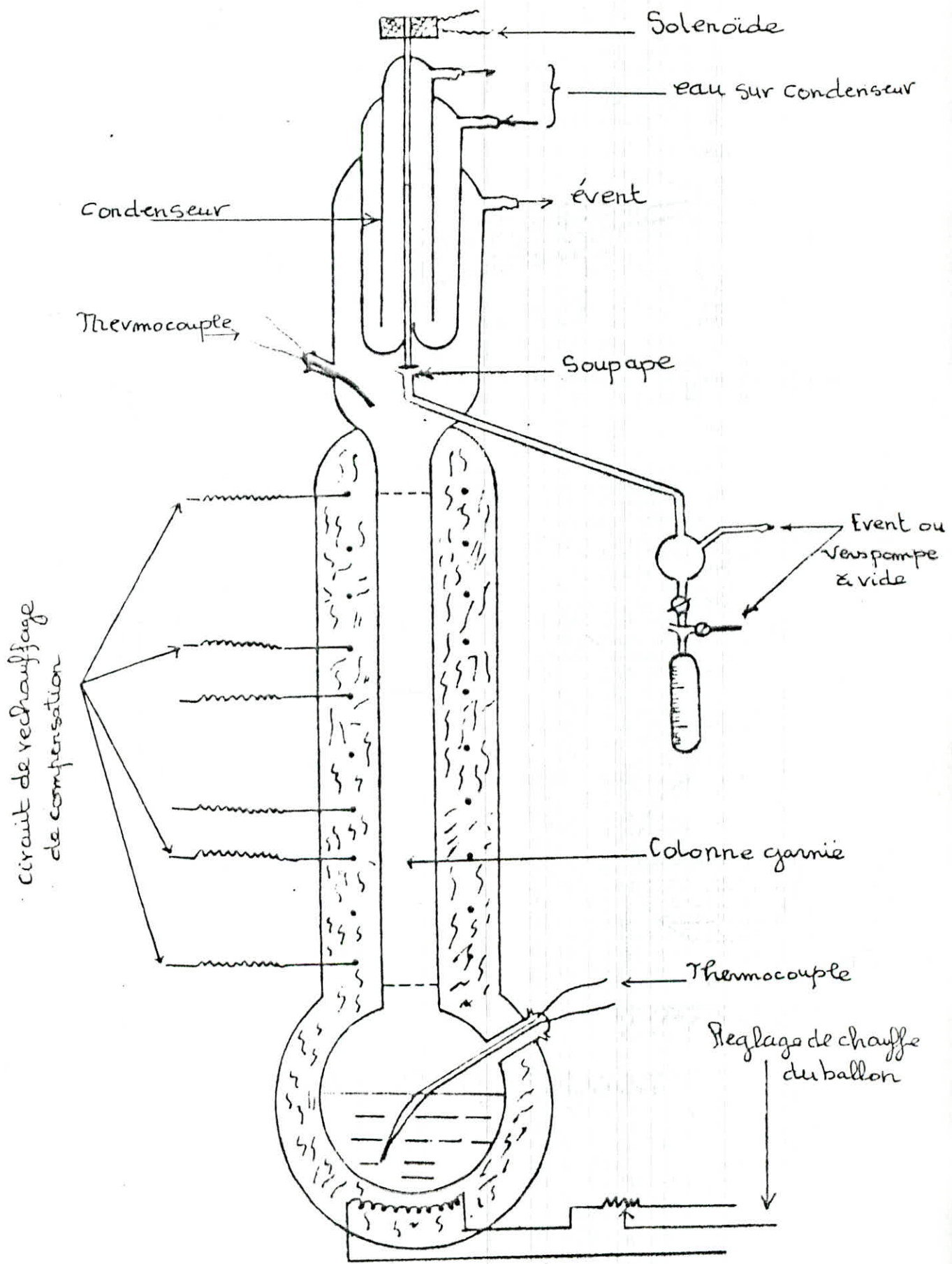


FIGURE-9 Schema d'un appareil de distillation type T.B.P

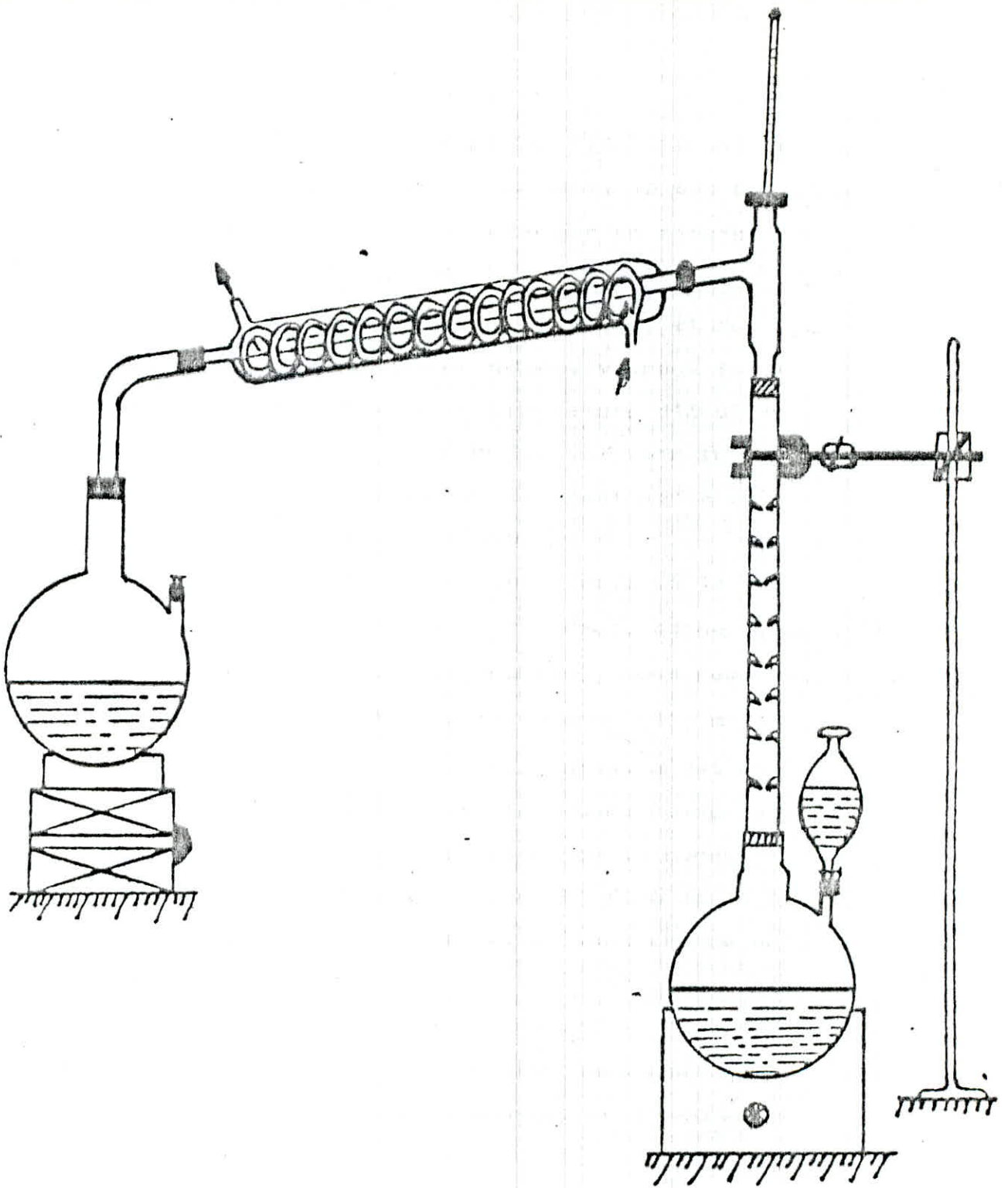


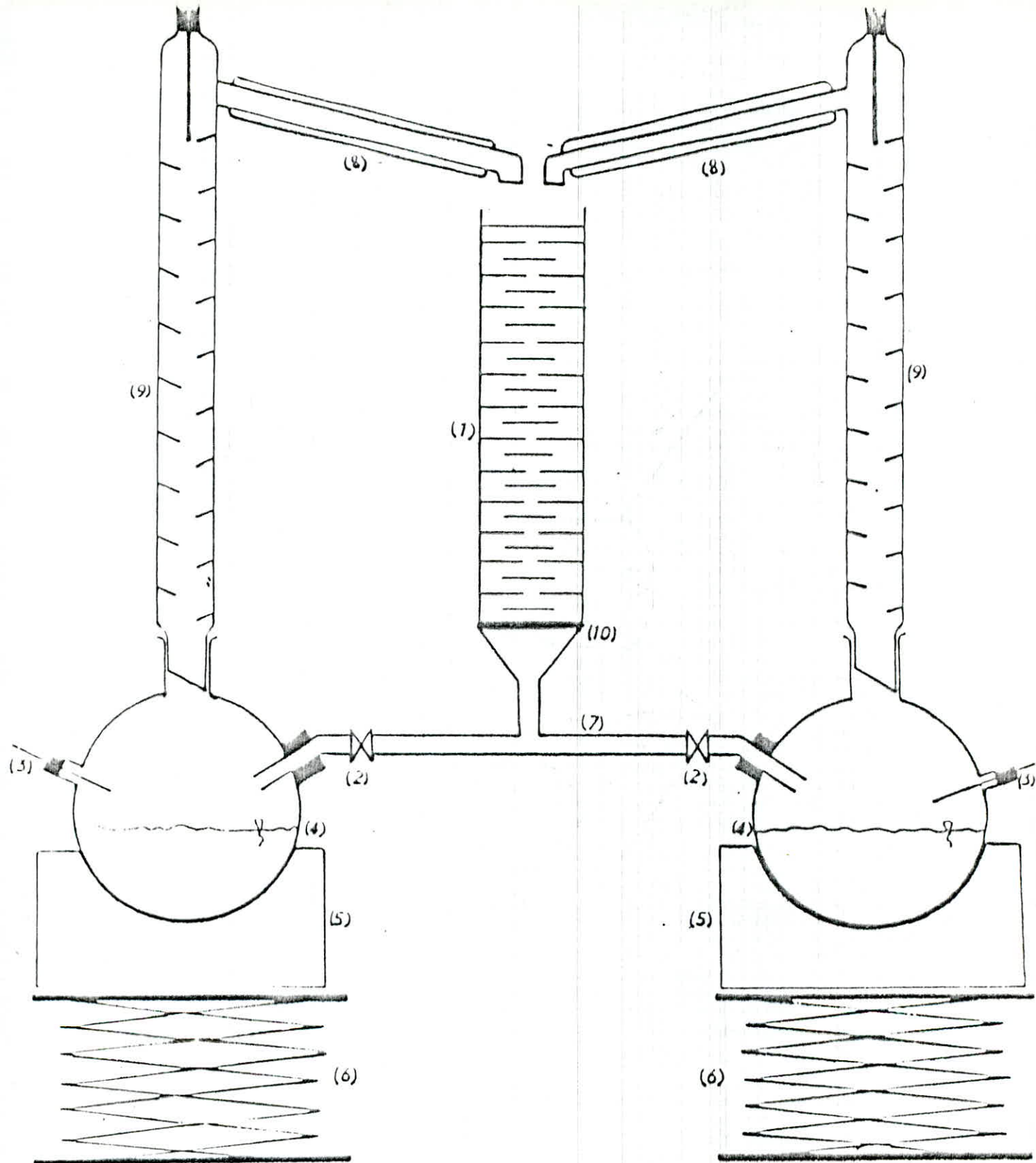
Fig10: PURIFICATION DU SOLVANT

#### IV-2 Appareillage et mode opératoire

La matière végétale est placée dans une colonne en verre avec support, et baigne dans le solvant, le bas de colonne se termine par un tube relié au ballon par un flexible muni d'un système de réglage du débit de la miscella, sortant de la colonne. le ballon(4) contenant la miscella, et relié à l'extracteur(1) par l'ensemble colonne vigreux (10)-réfrigérant(9); est porté à la température d'ébullition du solvant. La vapeur de ce dernier, après avoir traverser la colonne vigreux (10)-réfrigérant (9); est porté à la température d'ébullition du solvant.

La vapeur de ce dernier; après avoir traversé la colonne vigreux est condensée dans le réfrigérant, donne du solvant purifié qui s'écoule sur la figure (11), nous remarquerons une symetrie de part et d'autre de la colonne (1), mais le fonctionnement des deux parties du montage n'est pas simultané, ce dédoublement a été fait dans le but d'obtenir des fractions de miscella en fonction de la durée d'extraction. L'origine des temps a été fixé comme étant l'instant ou la première goutte du solvant chargé est récupérée.

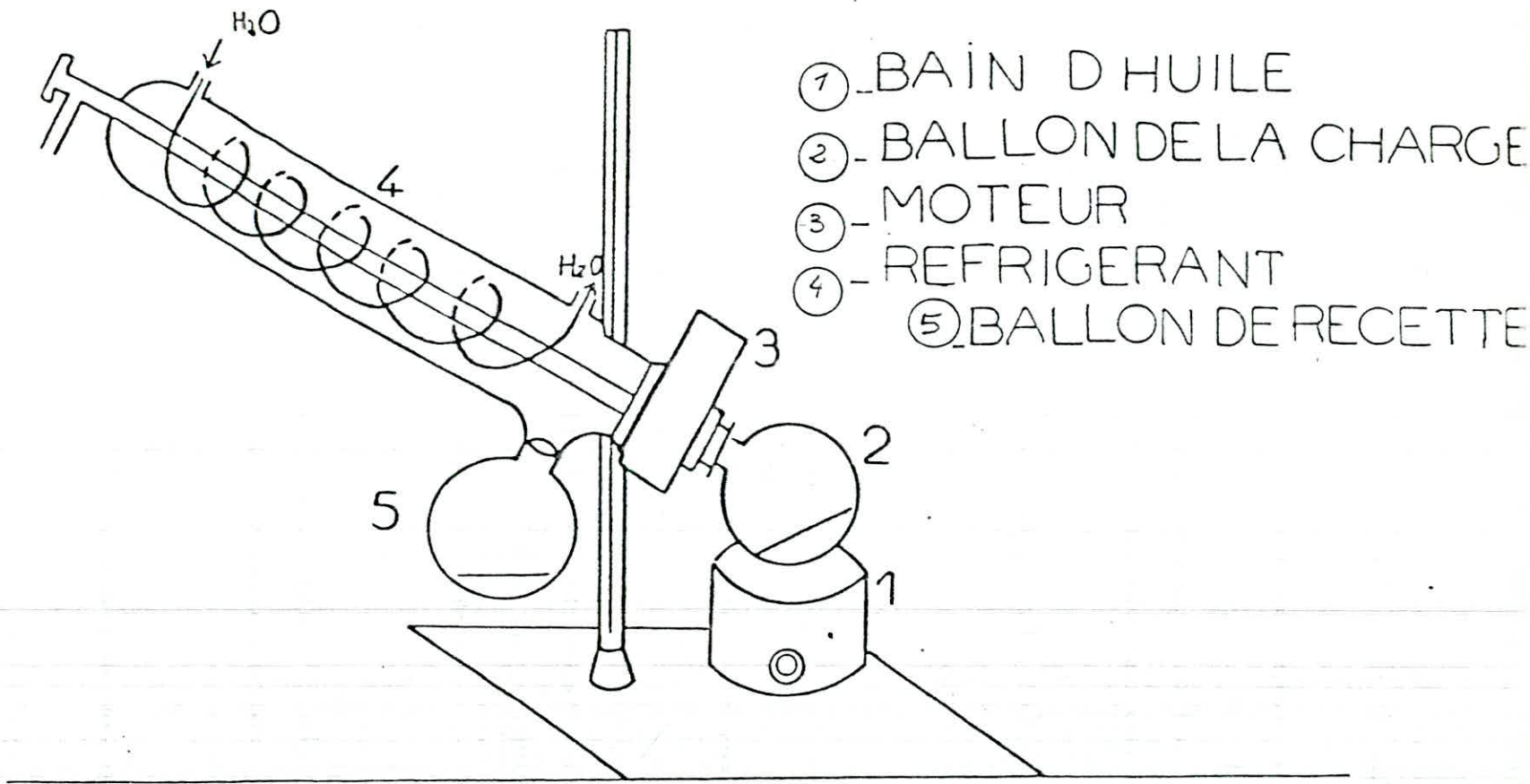
La séparation de l'extrait et du solvant se fait dans un évaporateur rotatif (fig 12); fonctionnant sous vide, et ce pour éviter toute altération thermique de l'extrait.



(1) Colonne avec support  
 (2) Robinet  
 (3) Thermomètre  
 (4) Ballon  
 (5) Chauffe ballon

(6) Elévateur  
 (7) Flexible  
 (8) Réfrigérant  
 (9) Colonne à vigneux  
 (10) Support en verre fritté

FIGURE 11 : APPAREILLAGE D'EXTRACTION PAR  
 CIRCULATION CONTINUË DU SOLVANT



L7

FIGURE 12 EVAPORATEUR ROTATIF

### IV-3 Influence des paramètres opératoires sur le rendement global en extrait

Après une rétrospective bibliographique des différents paramètres pouvant influencer la quantité et la qualité des essences végétales nous nous sommes limités aux paramètres qui influent d'une manière significative et qui sont accessibles à la mesure.

Le rendement globale en extrait a été calculé à l'aide des relations suivantes:

$$R_h (\%) = \frac{m}{m_{oH}} \cdot 100 \quad (1)$$

$$R_s (\%) = \frac{m}{m_{oS}} \cdot 100 \quad (2)$$

Expression dans lesquelles m représente la somme de l'extrait (en grammes) et  $m_{oH}$  celle de la matière végétale humide et  $m_{oS}$  celle de la matière végétale sèche.

#### IV-3-1 Durée d'extraction

Cette étude consiste à suivre l'évolution de quantité d'essence extraite avec la durée de contact.

##### IV-3-1-1 Conditions opératoires

Les autres paramètres opératoires ont été fixés comme suit:

- Solvant : Fraction pétrolière (40 - 84)
- Masse de lma charge végétale: 45 g
- Diamètre de colonne : 38 millimètres

- Débit du solvant : 5,25 cm<sup>3</sup>/mn

- Taux d'humidité : 9,25 %

#### IV-3-1-2 Résultats et interprétations

Les résultats obtenus lors de cette expérience sont rassemblés dans le tableau suivant:

TABEAU 2 INFLUENCE DE LA DURÉE D'EXTRACTION SUR LE RENDEMENT GLOBAL EN EXTRAIT

DURÉE (HEURE)	MASSE DIFF (GRAMMES)	MASSE TOTALE (GRAMMES)	Rh (%)	Rs (%)
0 - 1	0,7823	0,7823	1,74	1,92
1 - 2	0,2560	1,1383	2,53	2,79
2 - 3	0,2500	1,3883	3,09	3,40
3 - 4	0,2492	1,6380	3,64	4,01
4 - 5	0,1352	1,7732	3,94	4,34
5 - 6	0,0928	1,8660	4,15	7,57
6 - 7	0,0790	1,9450	4,32	4,76
7 - 11	0,0901	2,0351	4,52	4,98
11 - 15	0,0403	2,0754	4,61	5,08
15 - 19	0,0102	2,0856	4,63	5,11
19 - 24	0,0000	2,0856	4,63	5,11

47

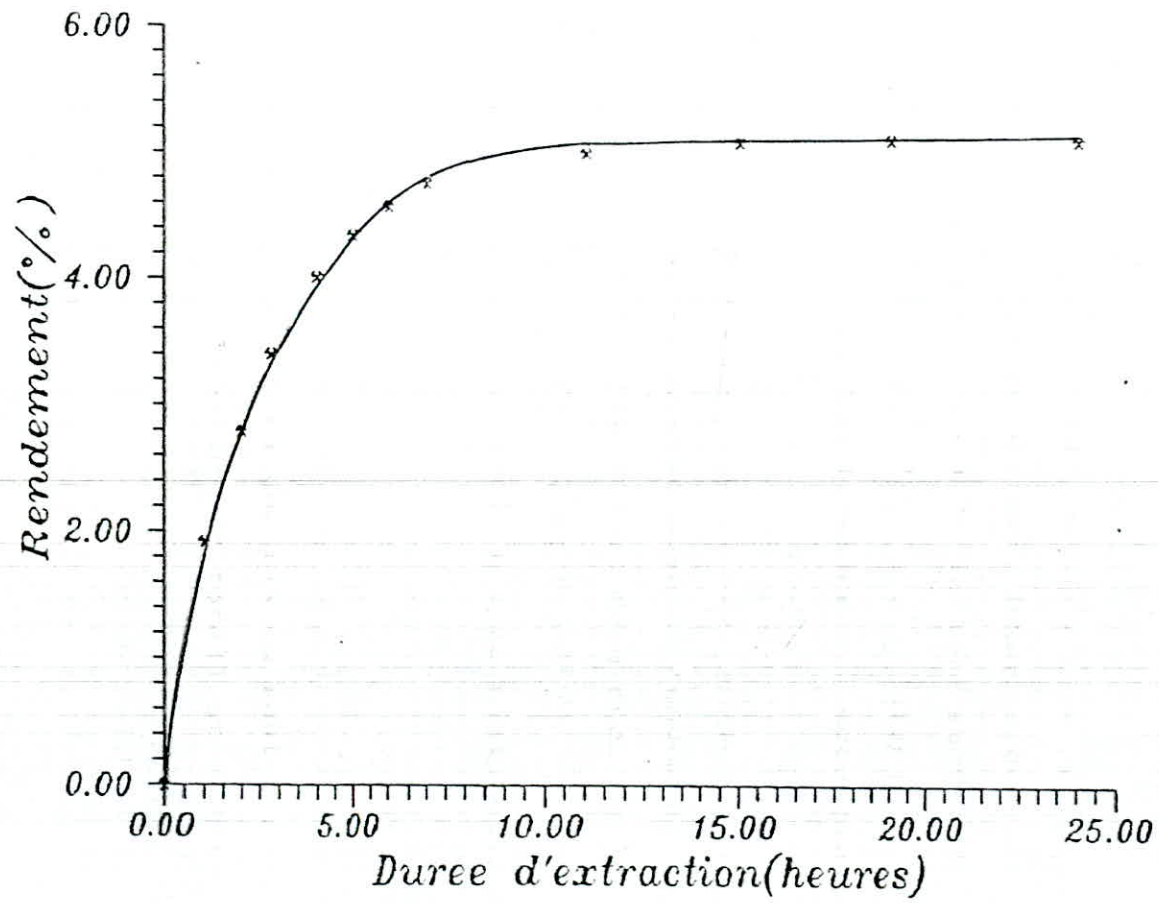


Figure 13 Duree d'extraction



TABLEAU 3-VITESSE INSTANTANEE EN FONCTION DE LA DUREE D'EXTRACTION

TEMPS (HEURES)	0,4	1	2	3	4	5	6
VITESSE INSTANTANEE (%/HEURE)	1,62	1,00	0,7	0,43	0,38	0,26	0,2
	7	8	9	10	11	12	14
	0,16	0,10	0,08	0,07	0,05	0,03	0,02

Les résultats obtenus montrent que la quantité d'extrait croit rapidement avec le temps au début d'extraction, ensuite nous rencontrons une branche curviligne suivie d'une partie à tendance linéaire de faible pente, enfin nous rencontrons un palier vers 20 heures.

Ce comportement correspond bien au mécanisme proposé par Angeledis (30), en effet la première branche pourrait être attribuée à la dissolution de l'huile à la surface, la partie curviligne à la diffusion de l'huile à l'intérieur des canaux, et la seconde partie linéaire à l'écoulement dans les canaux.

Pour discuter ce comportement, nous nous sommes proposé de tracer les tangentes à la courbe moyenne rendement en fonction de la durée d'extraction (fig 14) et d'en déduire les vitesses instantanées d'extraction (tab 2 et fig 15).

Cette courbe montre bien les trois étapes distinctes lors du processus d'extraction.

#### IV-3-1-3 Conclusion

Les résultats obtenus montrent que la majeure partie d'essence est obtenue au cours des six ou sept premières heures (environ 90% de l'épuisement total) et de ce fait nous nous sommes limités à cette durée pour l'étude de l'influence des autres paramètres.

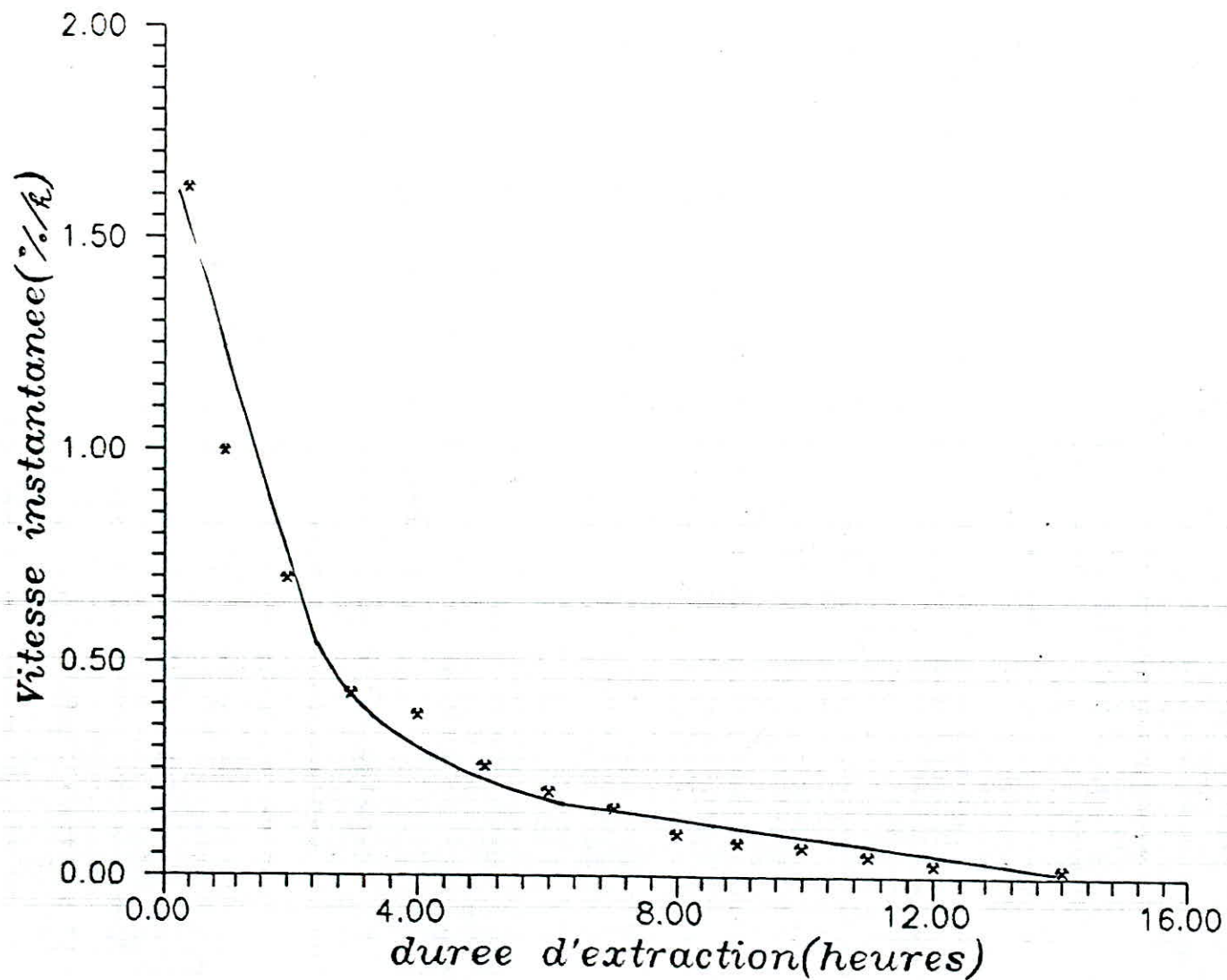


Figure 14 Vitesse instantanee d'extraction

#### IV-3-2 Influence de la granulométrie:

Dans le but de l'étude l'effet de la granulométrie des particules de bois sur le rendement global en extrait; on a procédé au tamisage de la masse de bois réduite en lamelles de 0,1 millimètre d'épaisseur. Cette opération a donné les classes granulométriques présentées dans le tableau suivant:

CLASSE	OUVERTURE DES TAMIS (mm)	Teneurs % si
1	SUPÉRIEURE A 7,925	52,97
2	7,925 - 6,680	1,89
3	6,68 - 2,794	7,29
4	2,794 - 1,400	12,99
5	1,400 - 0,630	14,37
6	INFÉRIEURE A 0,630	10,43
7	MÉLANGE DES 6 CLASSES GRANULOMETRIQUES	100

##### IV-3-2-1 Conditions opératoires

Les classes granulométriques ainsi obtenues, ont subi des extractions dans les conditions opératoires suivantes:

- Masse de la charge végétale = 45 g
- Durée d'extraction = 7 heures
- Débit du solvant = 5,25 cm<sup>3</sup>/mn
- Taux d'humidité = 9,25 %
- Solvant : éther de pétrole (Fraction 40 - 84°C)
- Diamètre de colonne = 38 millimètres

IV-3-2-2 Résultats et interprétations:

Les expériences effectuées ont donné les résultats suivants:

TABLEAU 5: INFLUENCE DE LA CLASSE GRANULOMETRIQUE SUR LE RENDEMENT GLOBAL EN EXTRAIT

DUREE D'EXTRACTION (HEURES)	CL 1	CL 2	CL 3	CL 4	CL 5	CL 6	CL 7
	R <sub>s</sub> (%)	R <sub>s</sub> (%)	R <sub>s</sub> (%)	R <sub>s</sub> (%)	R <sub>s</sub> (%)	R <sub>s</sub> (%)	R <sub>s</sub> (%)
0 - 1	1,18	1,53	1,90	1,70	2,55	2,16	1,92
1 - 2	1,56	2,33	2,69	3,17	4,47	3,30	2,79
2 - 3	1,86	2,74	3,22	3,71	5,56	3,91	3,40
3 - 4	2,11	3,12	3,66	4,23	6,24	4,30	4,01
4 - 5	2,31	3,49	3,87	4,59	6,48	4,61	4,34
5 - 6	2,49	3,79	4,00	4,63	6,72	4,88	4,57
6 - 7	2,65	3,95	4,08	4,67	6,76	5,02	4,76

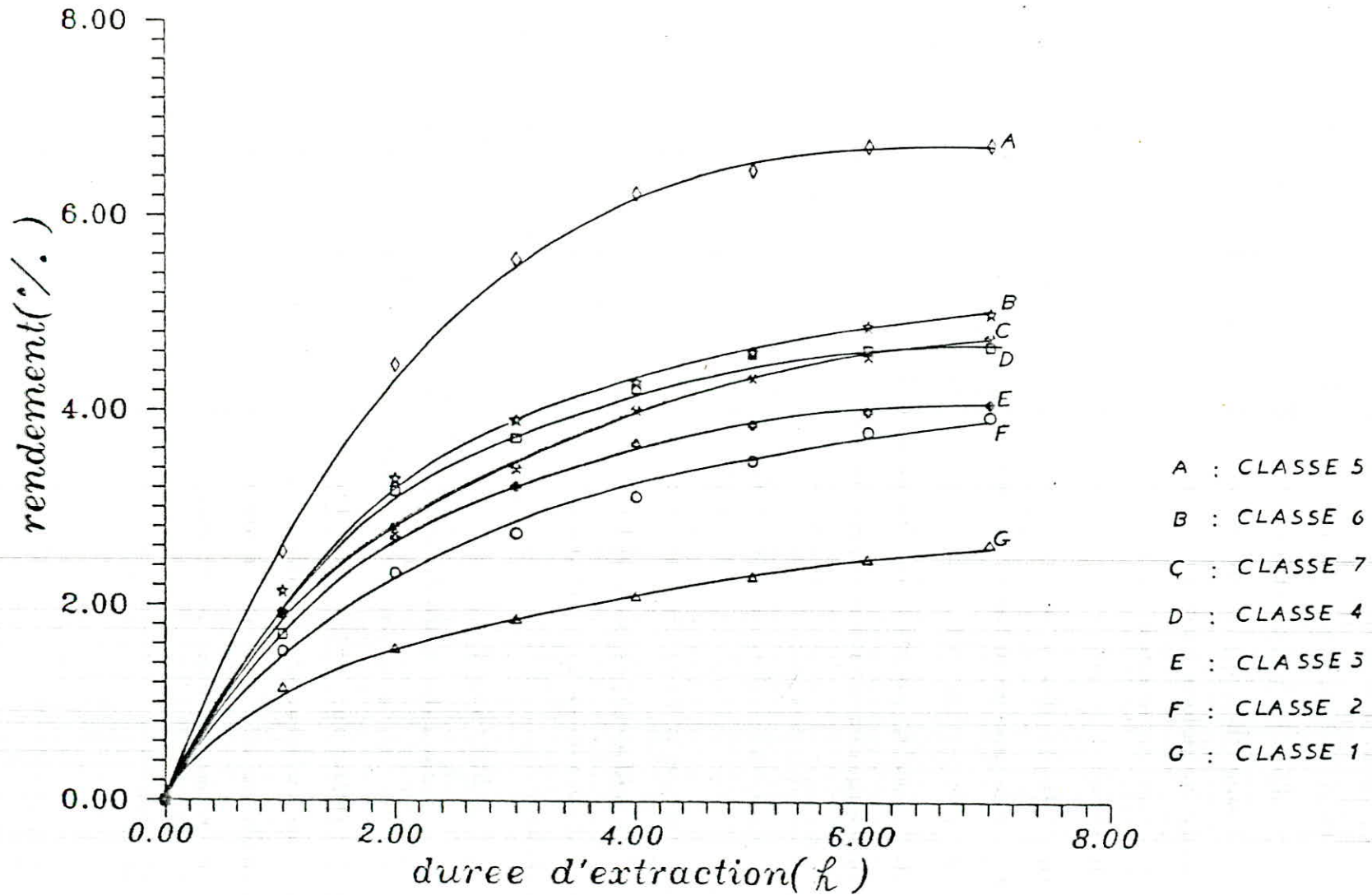


Figure 15 Influence de la classe granulometrique

Les résultats obtenus montrent que les particules de faible dimensions donnent de meilleurs rendements que les particules de dimensions plus élevées. Ceci est dû au fait que la surface d'échange offerte est plus grande lorsque les particules sont de faibles dimensions. Or on remarque que la classe -6- ne suit pas cette loi bien qu'elle soit fine et que la surface de contact soit élevée. En effet lorsque la charge végétale est immergée dans le solvant, il y a colmatage et formation d'une sorte de pâte qui empêche le contact solvant-surface pour certaines particules emprisonnées dans ces agglomérations. Pour ce qui est de la classe -7- (mélange des six classes) elle donne un rendement voisin de celui de la classe -4-. Notons que la 7<sup>ème</sup> classe, elle devrait normalement donner un rendement équivalent à la moyenne des six classes définies comme suit:

$$R_s(7) = \sum R_s(i) \cdot X_i \quad (3)$$

Or  $R_s(7)$  trouvé par cette formule est égal à 3,87 % .

Cette dernière valeur ne coïncide pas avec celle trouvée expérimentalement pour la classe 7, il y a une différence  $\hat{R}_s = 0,91$  % .

En effet ce comportement n'est pas seulement dû à la classe 6, puisque lors du mélange des différentes classes granulométriques le phénomène de colmatage est éliminé pour la classe 6, étant donné que cette dernière est parfaitement répartie à travers le lit de la charge végétale, car autrement en admettant que cette différence  $\hat{R}_s$  est due uniquement à la présence de la classe 6. On aurait eu un rendement réel de cette dernière qui équivaut à :

$$R_s(6) = \frac{0,76 - \sum_{i=1}^{i=5} R_s(i) \cdot x_i}{X_6} = 13,55 \% \quad (4)$$

D'autre part les courbes montrent que les particules de faibles dimensions donnent lieu à fdes vitesses d'extraction plus élevées que dans le cas des particules de dimensions plus élevées.

#### IV-3-2-3 Conclusion

Les résultats obtenus montrent que la valeur du rendement global en extrait pour la classe 5 à la 7<sup>ème</sup> heure est supérieure à celle trouvée pour la classe 7 après avoir atteint le palier, ce qui ne devrait pas être le cas si le palier représente l'épuisement total de la matière végétale. Cette étude montre que l'essence endogène n'est pas entièrement extraite.

Cette étude montre aussi que pour améliorer la quantité d'essence et la vitesse d'extraction, il faut traiter le bois de manière à obtenir des particules de faibles dimensions; mais il reste à trouver un compromis entre la quantité et la qualité de l'huile et ce par analyse des extraits. Il faut noter que les dimensions des particules ne doivent pas être trop faibles et ce pour éviter le phénomène de colmatage. D'où nous pourrions dire qu'il est plus rentable de traiter la matière végétal de sorte que la quasi totalité de l'essence soit en surface et pas emprisonnée dans les canaux.

### IV-3-3 Influence de la nature du solvant

Cette partie de l'étude s'intéresse à la comparaison des résultats obtenus en utilisant l'éthère de pétrole (40-84) comme solvant avec les résultats d'une extraction menée avec l'hexane qui est le solvant le plus conseillé par la bibliographie mais peu disponible et relativement coûteux.

#### IV-3-3-1 Conditions opératoires

Dans un but comparatif nous avons mené deux extractions l'une avec l'hexane, l'autre avec l'éthère de pétrole (40 - 84) dans les mêmes conditions opératoires qui sont :

- Classe granulométrique: N°7
- Temps d'extraction : 7heures
- Diamètre de colonne : 38mm
- Débit de solvant : 5,25cm<sup>3</sup>/mn
- Taux d'humidité : 9,25 %
- Masse : 45 g



#### IV-3-3-2 Résultats et interprétations

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant :

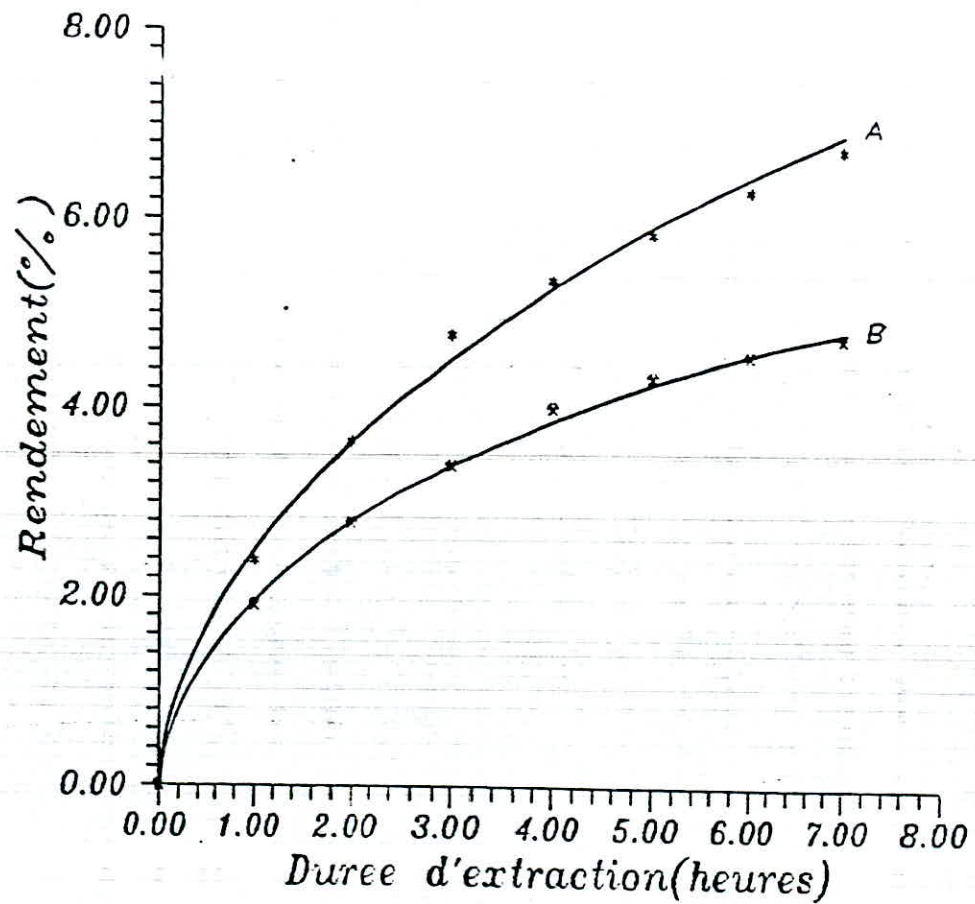
DUREE (HEURES)	SOLVANT (ETHER DE PETROLE)		SOLVANT HEXANE	
	Rh (%)	Rs (%)	Rh (%)	Rs (%)
0 - 1	1,74	1,92	2,16	2,39
1 - 2	2,53	2,79	3,22	3,65
2 - 3	3,09	3,40	4,33	4,78
3 - 4	3,64	4,01	4,86	5,36
4 - 5	3,94	4,34	5,32	5,86
5 - 6	4,15	4,57	5,74	6,32
6 - 7	4,32	4,76	6,13	6,76

Des résultats obtenus, nous pouvons faire les remarques suivantes :

- nous remarquons en premier lieu que l'allure des courbes est la même et nous pouvons dire à priori que les mêmes phénomènes se produisent dans les deux cas.

- Nous remarquons aussi que l'hexane donne un meilleur rendement que l'éther de pétrole.

- Par ailleurs nous constatons qu'avec l'éther de pétrole l'accroissement des rendements est plus faible que dans le cas de l'hexane. Pour mieux voir ce phénomène nous nous sommes proposés de tracer les courbes vitesses instantanées d'extraction en fonction de la durée de contact et ce pour les deux solvants.



A: CLASSE 7 (HÉXANE)

B: CLASSE 7 (ÉTHÉR DE  
PÉTROLE)

Figure 16 Nature du solvant

TABLEAU 17 VITESSE INSTANTANEEES D4EXTRACTION

DURRE D'EXTRACTION (Heures)	HEXANE	ETHER DE PETROLE
0,5	2,25	1,71
1	1,76	1,34
2	1,07	0,77
3	1,77	0,60
4	0,57	0,44
5	0,49	0,40
6	0,44	0,31
7	0,34	0,14

Les résultats obtenus montrent effectivement que la vitesse d'extraction donnée par l'héxane est nettement supérieure à celle trouvée pour l'éther de pétrole ceci d'une part et d'autre part nous remarquons que la courbe vitesse de l'éther de pétrole, tend à s'annuler bien avant celle de l'héxane et ce qui nous laisse supposer que le palier avec l'héxane sera atteint bien après celui de l'éthèr de pétrole.

#### IV-3-3-3 Conclusion

Cette étude comparative a montré que le procédé donne de meilleurs rendements avec l'héxane qu'avec l'ethèr de pétrole mais reste à discuter de la qualité de chacune des essences obtenues, comparer le coût de l'utilisation de l'un ou de l'autre des solvants pour juger de rentabilité de l'un ou de l'autre des deux solvants. Mais la grande disponibilité de l'ethèr de pétrole reste un critère d'importance non négligeable pour la substitution de l'héxane dans les procédés d'extraction.

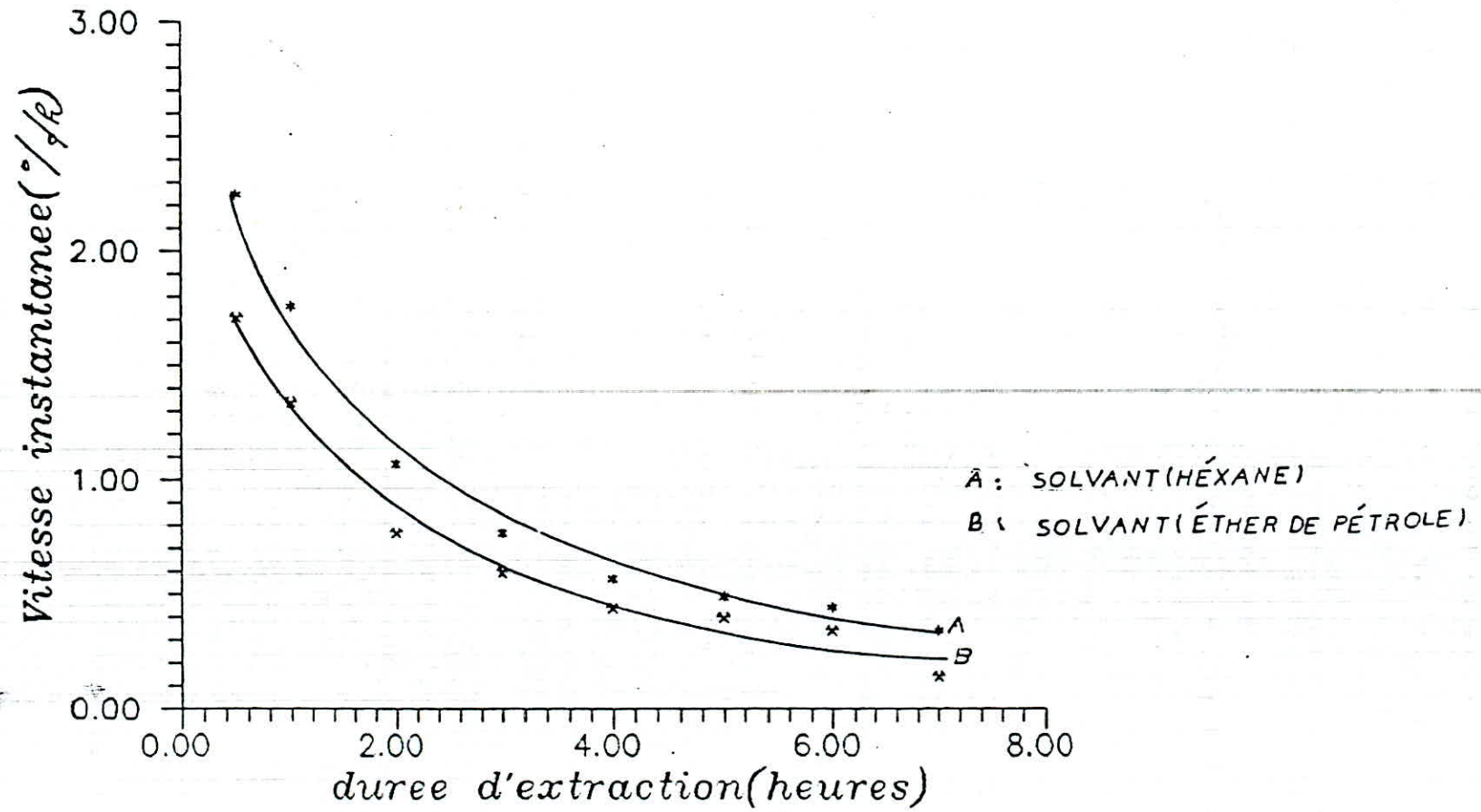


Figure 17 Vitesse instantanee d'extraction

#### IV-3-4 Variation du débit

Dans cette partie, nous nous intéresserons à l'étude de l'influence du débit sur le rendement global en extrait, mais pour des raisons techniques nous n'avons pu avoir qu'une gamme réduite de valeurs de débit de solvant.

##### IV-3-4-1 Conditions opératoires

Les expériences ont été effectuées dans les conditions opératoires suivantes:

- Classe granulométrique : N°7
- Masse 45 g
- Temps d'extraction : 6 heures
- Taux d'humidité : 9,25 %
- Solvant : Ether de pétrole (40 - 84)
- Diamètre de colonne : 38 millimètres

##### IV-3-4-2 Résultats et interprétation

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant:

DEBIT (cm /min)	MASSE TOTALE (GRAMMES)	Rh (%)	Rs (%)
5,25	1,8081	4,02	4,57
8,5	1,8954	4,21	4,64
14	2,0121	4,47	4,93

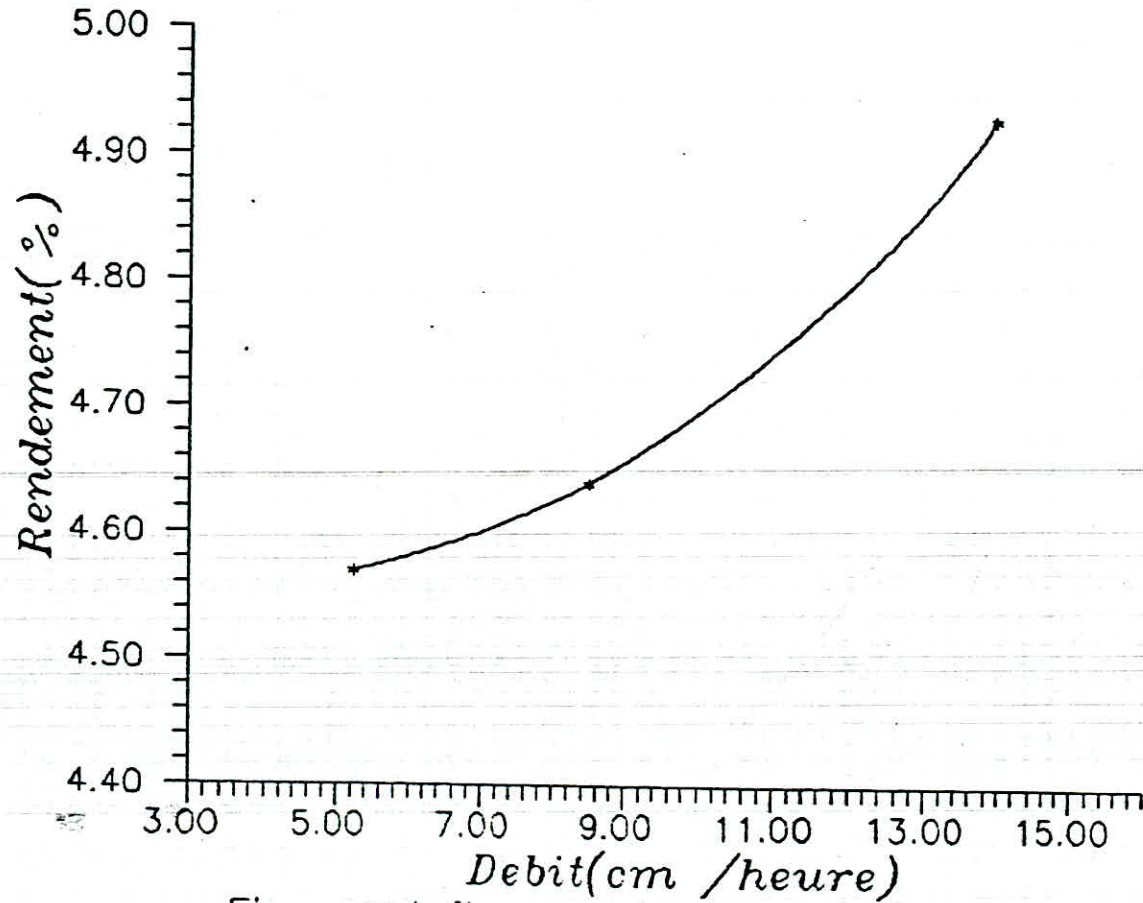


Figure 8 Influence de la variation du débit sur le rendement global en extrait

A la lumière de ces résultats on voit une augmentation du rendement global en extrait en fonction du débit bien que cette dernière ne soit pas très importante.

#### IV-3-4-3 Conclusion

L'augmentation du débit paraît améliorer le rendement et la vitesse d'extraction, mais pour conclure là-dessus, il faudrait suivre l'évolution du rendement avec la durée d'extraction et dans une gamme de débit bien plus large.

#### IV-3-5 Influence de la variation de la hauteur du lit:

Dans le but de connaître l'influence de la hauteur du lit sur le rendement global en extrait, quatre hauteurs différentes ont été étudiées.

##### IV-3-5-1 Conditions opératoires

Les conditions opératoires sont:

- Classe granulométrique : N°7
- Temps d'extraction : 6 heures
- Taux d'humidité : 9,25 %
- Diamètre de la colonne : 38 millimètres
- Solvant : Ether de pétrole (40 - 84)

##### IV-3-5-2 Résultats et discussions:

Les résultats sont rassemblés dans le tableau suivant:

HAUTEUR (cm)	/L	MASSE DE BOIS	MASSE TOTAL D'EXTRAIT (g)	Rh	Rs
25	0,152	29	0,9730	3,36	3,70
30	0,126	31	0,9867	3,16	3,48
40	0,095	37	1,1727	3,17	3,49
50	0,076	45	1,8081	4,15	4,57

Nos résultats montrent que le rapport diamètre sur hauteur n'a pas une influence considérable sur le rendement global en extrait, mais pour conclure sur ce paramètre, il faudrait encore une série d'extracteur de capacité constante et où varie le rapport diamètre sur longueur. Ainsi nous pourons



faire des extractions en gardant la masse de la matière végétale constante et de ce fait toute variation du rendement serait attribuée à ce rapport de dimensionnement de l'extracteur.

#### IV-3-6 Influence du diamètre étudié

Pour éviter l'effet de la variation du diamètre de la colonne sur le rendement global en extrait, on s'est proposé de garder le rapport diamètre sur hauteur constant; ainsi pour chaque diamètre de colonne correspond une certaine hauteur du lit. Pour des raisons de non disponibilité de colonnes à différents diamètres, nous nous sommes limités à la comparaison des résultats des deux expériences.

#### IV-3-6-1 Conditions opératoires

Les conditions opératoires sont:

- Classe : N°7
- Masse : 31 g Pour  $\phi_1 = 30$  millimètres  
45 g Pour  $\phi_2 = 38$  millimètres
- Temps d'extraction : 6 heures
- Taux d'humidité : 9,25 %
- Débit du solvant : 5,25 cm<sup>3</sup>/min
- Solvant : éther de pétrole (40 - 84)

#### IV-3-6-2 Résultats et interprétations

Les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-dessous:

DIAMETRE (mm)	HAUTEUR DU LIT (cm)	MASSE UTILISEE (GRAMMES)	MASSE TOTALE (GRAMMES)	Rh (%)	Rs (%)
30	40	31	1,2130	3,91	4,32
38	50	45	1,8660	4,15	4,57

Les résultats obtenus montrent que le fait de passer d'un diamètre à un autre n'a pas une grande influence sur le rendement global en extrait, mais il faut noter que les diamètres utilisés sont relativement voisins et la conclusion ne pourra se faire que par l'utilisation d'une gamme assez large de diamètres d'extracteurs.

#### IV-4 Conclusion

Des résultats de cette étude nous pouvons dire que le paramètre qui influe le plus sur le rendement en extrait est la granulométrie des particules de bois. Mais pour comparer entre l'influence des différents paramètres opératoires, il faudrait en premier lieu étudier l'influence du débit de solvant et des dimensions de l'extracteur dans des gammes plus larges, et dans un second lieu faire une planification factorielle des expériences pour juger des effets simples et conjugués des paramètres opératoires et de l'importance de leur variation.

CHAPITRE V

MODELISATION

EXPRESSIONS MATHEMATIQUES	CLASSE	INTERVALLE DE TEMPS (HEURES)	ERREUR MAXIMALE (%)
$R_s = (t ** 0,418) * 1,17$	1	0 - 7	4,82
$R_s = (t ** 0,484) * 1,58$	2	0 - 7	4,82
$R_s = (t ** 0,475) * 1,98$	7	0 - 7	4,82
$R_s^* = (t ** 0,520) * 2,40$	7	0 - 7	10,9

\* : Rendement relatif à l'hexane

V-2 Modèles mathématiques:  $R_s = At/(B + At)$  ou  $t/(C + Dt)$

Pour vérifier la validité de ce modèle il a fallu tracer l'inverse du rendement global en extrait en fonction de l'inverse de la durée d'extraction.

L'allure des Combs obtenues que seules les classes 2, 3, 6 et 7 répondent au modèle proposé (fig 20-a, b, c, d)

Les équations sont rassemblées dans le tableau suivant:

EXPRESSIONS MATHEMATIQUES	CLASSE	INTERVALLE DE TEMPS (HEURES)	ERREUR MAXIMALE (%)
$R_s = t / 0,46 + 0,195.t$	2	1 - 7	5,37
$R_s = t / 0,33 + 0,195.t$	3	1 - 7	5,37
$R_s = t / 0,36 + 0,154.t$	6	1 - 7	5,37
$R_s = t / 0,36 + 0,160.t$	7	1 - 7	5,37
$R_s^* = t / 0,324 + 0,107.t$	7	1 - 7	3,8

\* : Rendement relatif à l'hexane.

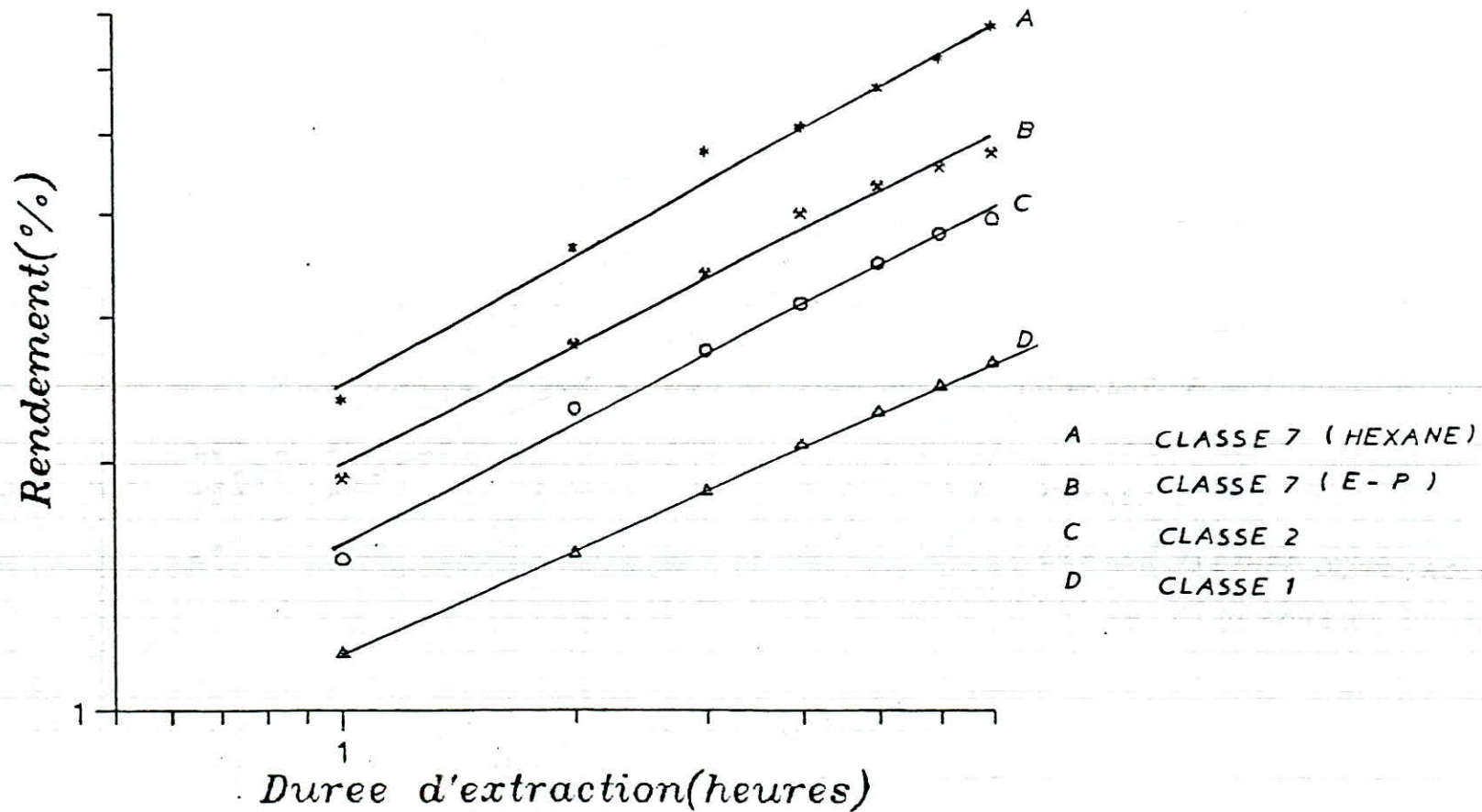


Figure 19 modele mathematique:  $R_s = A * t^{**} B$

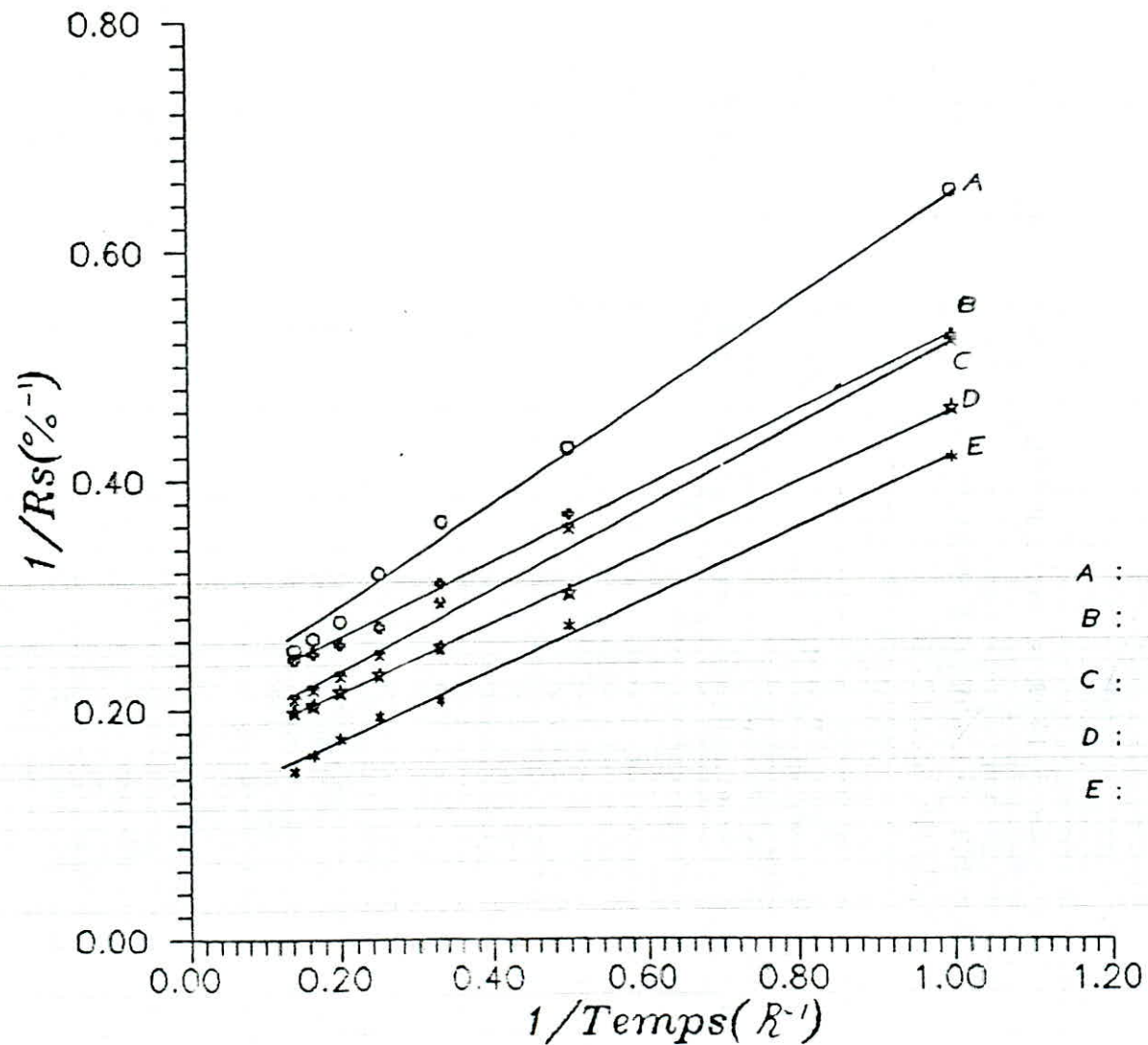


Figure 20 modele mathematique:  $R_s = t / (C + D * t)$

V-3 Modèle mathématique :  $R_s = A (1 - e^{-Bt})$

Dans cette expression A représente le pourcentage maximum d'essence extrait au bout de sept heures pour la classe granulométrique -5- la plus rentable.

Afin de vérifier la validité de ce modèle, on a tracer le  $\text{Log}(1 - R_s/A)$  en fonction de la durée d'extraction Pour avoir une allure linéaire.

En effet, seules les classes 1 et 2 répondent à ce modèle, par contre les autres classes granulométriques à faibles dimensions de particules et la classe 7 celui-ci reste inadéquat (fig 21).

Les équations obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant:

EXPRESSIONS MATHÉMATIQUES	CLASSE	INTERVALLE DE TEMPS (HEURES)	ERREUR MAXIMALE (%)
$R_s = 6,76 (1 - e^{-0,055})$	1	1 - 7	3,80
$R_s = 6,76 (1 - e^{-0,115})$	2	1 - 7	

Duree d'extraction (heures)

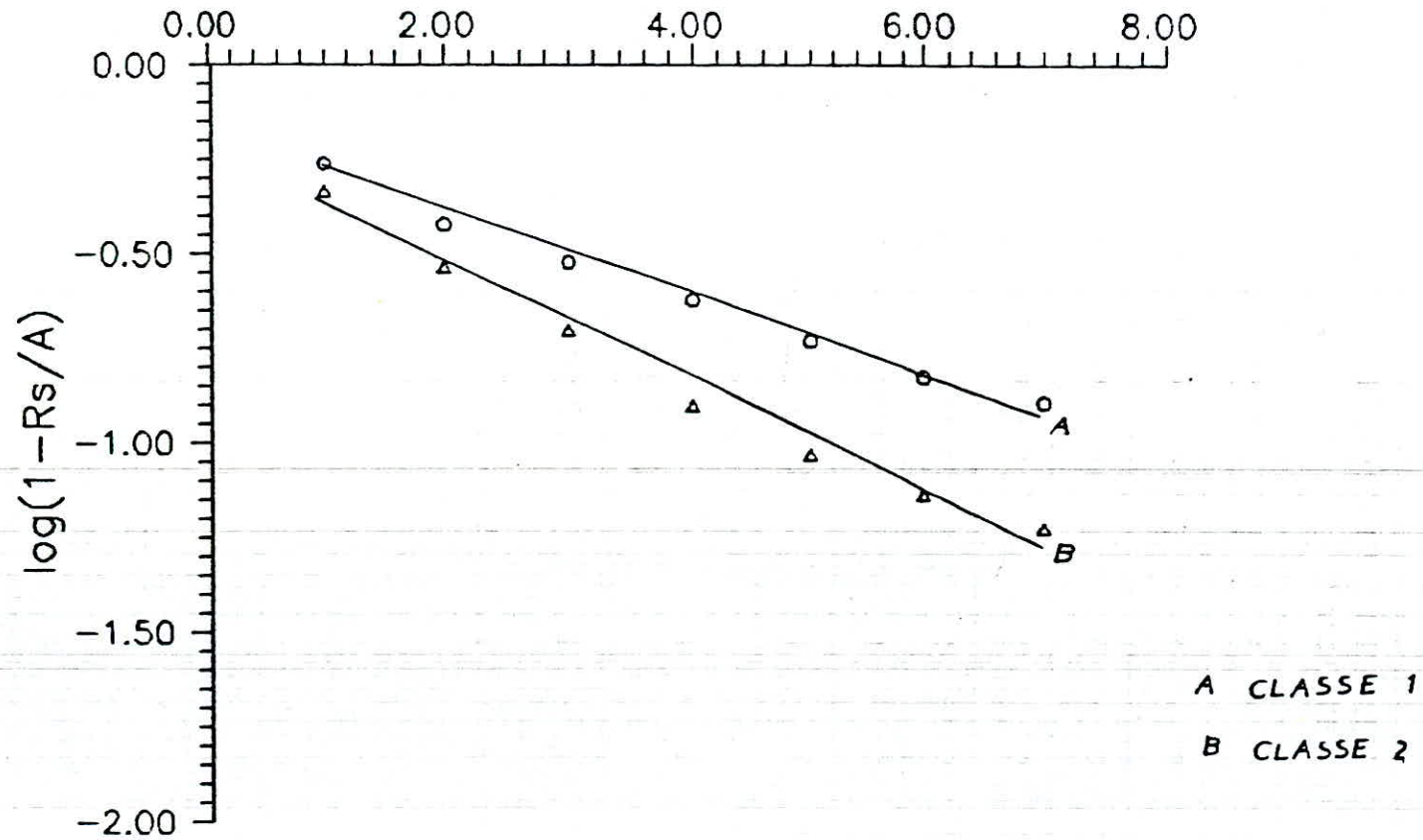


Figure 21 Modele mathematique:  $R_s = A \cdot (1 - E - B \cdot t)$



V-4 CONCLUSION

Les équations obtenus sont rassemblés dans le tableau récapitulatif suivant:

TABLEAU 14:            MODELES MATHÉMATIQUES APPLIQUES AU DIFFÉRENTES CLASSES GRANULOMÉTRIQUES

MODELE	EXPRESSIONS MATHÉMATIQUES (t = HEURE)	CLA	INTERVALLE DE VALIDITE (h)	ERREUR MAXIMAL %
FREUND. LICH	$R_s = (t^{**} 0,418) * 1,17$	1	0 - 7	4,82
	$R_s = (t^{**} 0,480) * 1,58$	2	0 - 7	
	$R_s = (t^{**} 0,475) * 1,98$	7	0 - 7	10,9
	$R_s = (t^{**} 0,520) * 2,4$		0 - 7	
LANGNUIN	$R_s = t / (0,46 + 0,195t)$	2	1 - 7	5,37
	$R_s = t / (0,330 + 0,195t)$	3	1 - 7	
	$R_s = t / (0,336 + 0,154t)$	6	1 - 7	
	$R_s = t / (0,360 + 0,16t)$	7	1 - 7	
	$R_s^* = t / (0,324 + 0,107t)$			
$R_s = A(1 - e^{-bt})$	$R_s = 6,76(1 - e^{-0,055t})$	1	1 - 7	3,8
	$R_s = 6,76(1 - e^{-0,115t})$	2	1 - 7	

\* Rendement relatif à l'hexane

A partir du tableau récapitulatif ci-dessus, deux modèles peuvent être appréciés.

D'abord le premier cas correspond à l'équation de Freundlich, a pour avantage, la validité du modèle aux conditions initiales et une erreur relativement faible, à part pour la classe 7 relative à l'héxane.

Ensuite, il y a le modèle de Langmuir dont l'intervalle de temps est compris entre 1 et 7 heures, et dont l'erreur est relativement faible comparée au cas précédent.

Par ailleurs, nous constatons qu'aucun modèle n'a pu satisfaire les classes 4 et 5 et ceci pourrait être attribué au fait que dans le cas où les modèles marchent bien,

l'extraction est régie par un phénomène prépondérant (dissolution ou diffusion), mais dans le cas des classes granulométriques qui n'ont répondu à aucun modèle.

Il se pourrait qu'il y ait compétition entre les deux phénomènes suscités, et peuvent répondre éventuellement à deux modèles différents selon qu'on soit en début ou en fin d'extraction.

CHAPITRE VI

APPROCHE ANALYTIQUE DES

EXTRAITS

Ayant obtenu des essences de bois de cèdre de l'Atlas Algérien dans différentes conditions opératoires, il convient à présent de voir l'impact de la variation des paramètres opératoires d'extraction sur les propriétés physico-chimiques des extraits.

A cet effet nous aborderons successivement :

La détermination de certaines propriétés physico-chimiques (indice d'acide, indice de réfraction et densité) et ce pour chaque échantillon d'une expérience.

Et en second lieu, nous déterminerons le taux de composés entraînés à la vapeur d'eau et ce pour la classe 7 lors de l'étude de la durée d'extraction.

#### VI-1 Evaluation des propriétés physico-chimiques

Les huiles essentielles, objets de transactions commerciales, souvent importantes en valeurs monétaires, doivent répondre à des normes analytiques imposés par des pays importateurs ou exportateurs et qui ont été établies par la commission de normalisation du syndicat de Grame et par l'association française de normalisation (A.F.N.O.R) et celle de l'I.S.O (International Standart Organisation) [22]

##### VI-1-1 Indice de réfraction

La mesure de l'indice de réfraction a été effectuée à l'aide d'un réfractomètre de type "ABBE 3T.ATOGO", qui a permis la lecture direct des indices de réfraction et étaloné de manière à obtenir à la température de 20°C, l'indice de réfraction de 1,3333 pour l'eau distillée.

## VI-1-2 L'indice d'acide

La mesure des indices d'acides a été faite selon le mode opératoire suivant:

- Une masse de 0,1 gramme d'échantillon est introduite dans un petit erlen-meyer dans lequel sont ajoutés (1 ml) d'éthanol 95 % et 2 à 3 gouttes de phénolphaléïne, la solution obtenue est titrée par une solution de KOH (0,2N), jusqu'à l'apparition d'une coloration.

L'indice d'acide est calculé au moyen de la relation :

$$I_A = \frac{56,1 \times a \times f}{m_e}$$

Expression dans laquelle; a représente le volume de KOH utilisé (ml), f la normalité de KOH et g la masse de l'échantillon (g).

Rappelons que l'indice d'acide de l'extrait peut être anormalement élevé dans le cas où:

- La matière végétale est de mauvaise qualité.
- Le processus technologique n'est pas maîtrisé.
- L'extrait a été stocké longtemps.

Dans ce cas certains constituants de l'extrait subissent des modifications, menant à la formation d'acide libre.

### VI-1-3 Densité

La mesure de densité a été effectuée à l'aide d'un pycnomètre de un millilitre, et d'une balance analytique dégétale de type Satorius et de précision  $10^{-4}$  g.

La densité est calculée selon l'expression:

$$d = (m_1 - m)/(m_2 - m)$$

La relation dans laquelle  $m_1$  représente la masse du pycnomètre avec le produit (9),  $m_2$  la masse du pycnomètre avec l'eau distillée (9) et  $m$  la masse du pycnomètre vide.

### VI-1-4 Propriétés olfactives

Fraichement obtenus, les extraits sont soumis à des examens consistant à vérifier leurs caractères organoleptiques (couleur, odeur, saveur).

En effet, à la fin de chaque expérience (extraction), nous avons constaté que l'extrait est caractérisé par une couleur jaune rougeâtre et d'une odeur boisée.

VI-1-4 Résultats et interprétations

Dans le tableau 17 sont donnés, la densité, l'indice de réfraction et l'indice d'acide des échantillons de l'essence du bois de cèdre obtenus lors de chaque extraction.

TABLEAU 15: PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DES EXTRAITS

PARAMETRES OPERATOIRES		d	n	I
CLASSES GRANULO- METRIQUE	1	0,9889	1,4946	8,433
	2	1,0067	1,5033	8,139
	3	1,0102	1,5103	8,304
	4	1,0670	1,5037	7,112
	5	1,0887	1,5021	7,077
	6	1,0752	1,5178	8,361
	7	1,0235	1,5053	8,799
DEBIT	5,25	1,0235	1,5053	8,798
	8,5	1,0351	1,5109	8,971
	14	1,0670	1,5112	8,925
HAUTEUR DU LIT	25	1,0254	1,5118	7,590
	30	1,0254	1,5148	8,120
	40	1,0198	1,5160	6,964
	50	1,0235	1,5053	8,799
DIAMETRE DE COLONNE	30	1,0198	1,5053	7,753
	38	1,0235	1,5053	8,799

Les résultats montrent des valeurs de densité légèrement supérieure à l'unité sauf pour la classe 1 pour laquelle elle est de l'ordre de 0,99.

Pour ce qui est des indices de réfraction on remarque qu'ils ne sont pas vraiment affectés par variation des conditions opératoires.

Enfin pour les indices d'acide on voit qu'ils sont tous compris entre l'intervalle [7 - 8,9] ce qui correspond à l'intervalle donné par la bibliographie [ , ]. En effet dans notre cas il ne doit pas y avoir d'indices d'acide élevés étant donné qu'on utilise un dispositif d'extraction en verre qui n'influe nullement sur les valeurs des indices d'acide des extraits.



## VI-2 Détermination du taux de composés entraînés à la vapeur d'eau des extraits

Après avoir obtenu nos extraits, il est intéressant d'avoir une idée du taux de composés entraînés contenus dans nos essences.

### VI-2-1 Appareillage et mode opératoire

Pour réaliser cette expérience, nous avons utilisé le montage représenté sur la figure 22.

La mesure du taux de composés entraînés à la vapeur d'eau dans un extrait, consiste à peser une quantité d'extrait, l'introduire dans le tube (1) du ballon rempli au tiers de son volume d'eau (2) permettant la production de vapeurs à l'aide du chauffe ballon (3). En entrant par le tube de jonction (4) celles-ci entraînent les composés volatilisables vers le réfrigérant (5), ils seront condensés et récupérés dans un erlen-meyer (6).

L'entraînement continu jusqu'à ce que les gouttelettes condensées ne contiennent plus de volatiles à leur surface, en obtenant une condensation claire et limpide.

A la fin de l'opération, le mélange entraînés-eau subira une extraction liquide - liquide en utilisant l'éther diéthylique Comme solvant. Après décantation et évaporation du solvant de la phase organique, nous pesons l'extrait ainsi obtenu.

Ainsi le rendement en composés entraînés à la vapeur d'eau est calculé à l'aide des deux relations suivantes:

$$TCE = (m_{ev}/m_e) \cdot 100$$

$$RCE = (R_s \cdot TCE)/100$$

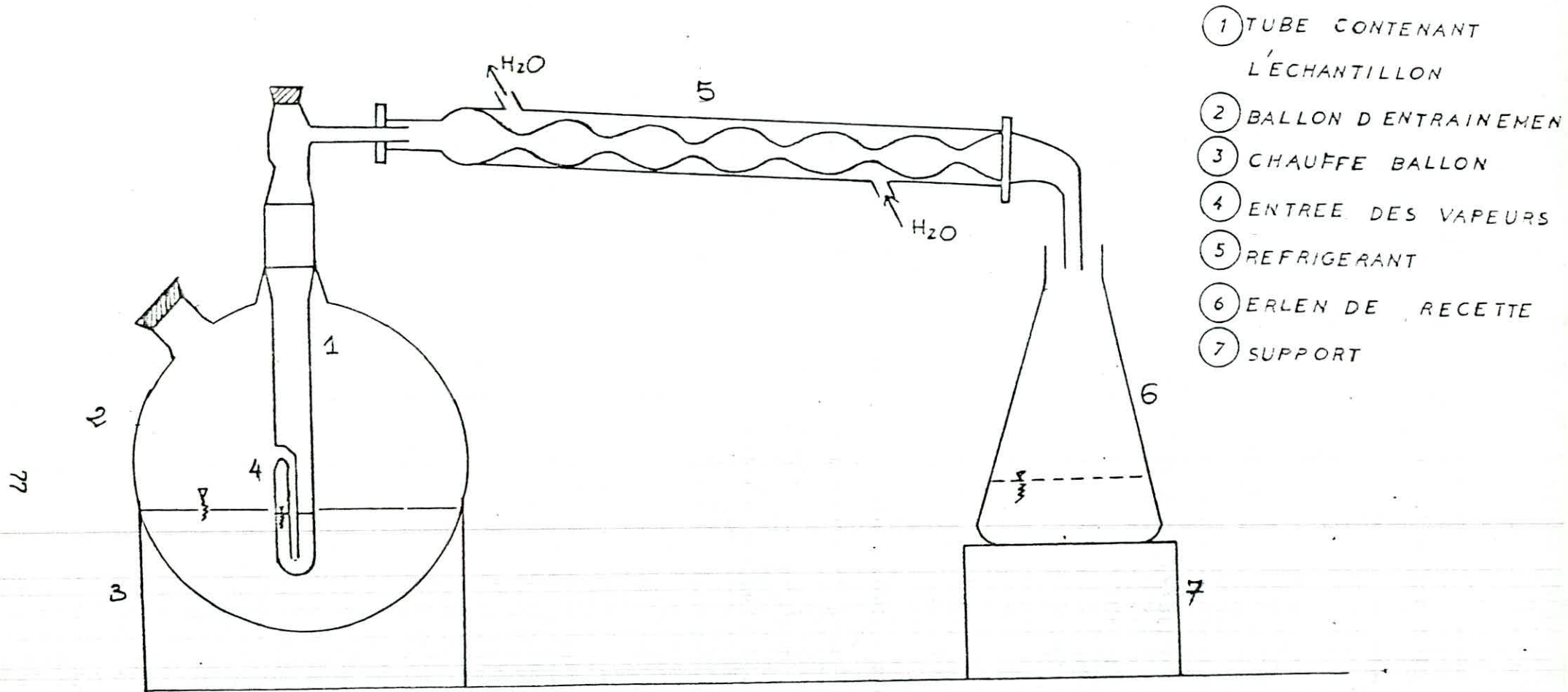


Figure 22 MONTAGE D'ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU

TCE : Taux de composés entraînés à la vapeur d'eau.

RCE : Rendement en composés entraînés à la vapeur d'eau.

$m_{ev}$  : Masse de la fraction entraînée à la vapeur.

$m_e$  : Masse de l'échantillon.

#### VI-2-2 Résultats et interprétations

TABLEAU 16: TAUX DE COMPOSES ENTRAINABLES A LA VAPEUR D'EAU

CLASSE	DUREE (HEURES)	TCE (%)	RCE (%)
7	3	30,40	1,44

Suivant les résultats obtenus, nous pouvons dire qu'avec cette fraction pétrolière, l'extrait contient plus de composés légers qu'avec un solvant pure tels que l'héxane; en effet ce dernier, selon les travaux antérieurs [42] n'extrait que 0,95 % de composés légers.

## CONCLUSION

Afin de contribuer à une éventuelle valorisation de nos espèces forestières, nous avons mené l'étude de l'extraction de l'essence du bois de cèdre de l'éther de l'Atlas Blidéen par circulation continue d'un solvant frais.

La première partie de cette étude s'est intéressée à l'influence des paramètres opératoires accessibles expérimentalement tels que durée d'extraction, granulométrie des particules, nature du solvant débit du solvant, ...; Les résultats obtenus nous amènent à avancer les conclusions et les recommandations suivantes:

- Etant donné que la majeure partie d'essence est obtenue au cours des six ou sept premières heures d'extraction (environ 90 % de l'épuisement total), il est plus rentable de se limiter à cette durée.
- Pour améliorer la quantité d'essence et la vitesse d'extraction il est nécessaire de traiter le bois de manière à obtenir des particules de faibles dimensions, sans toute fois qu'elles soient trop faibles et ce pour éviter le phénomène de colmatage.
- La vitesse d'extraction donnée par l'héxane est nettement supérieure à celle trouvée pour l'éther de pétrole; d'autre part nous constatons que la vitesse de l'éther de pétrole tend à s'annuler bien avant celle de l'héxane, et c'est ce qui nous laisse supposer que le palier avec l'héxane sera atteint bien après celui de l'éther de pétrole.
- La variation de certaines dimensions de l'extracteur tels que la hauteur et le diamètre n'a pratiquement pas affecté le rendement global en extrait, mais ceci reste à confirmer, ce qui peut faire l'objet de travaux futures.

La seconde partie de notre étude est concr<sup>sa</sup>ée à la modélisation mathématique de certains de nos résultats, en effet nous avons constaté que seulement une partie de ces classes granulométriques répond aux différents modèles proposés; ce qui nous laisse supposer que selon la granulométrie du bois, les phénomènes qui gèrent le processus d'extraction diffèrent. Enfin, nous avons déterminé certaines des caractéristiques physico-chimiques de nos extraits et situé l'intervalle de variation de leur densité, leurs indices de réfraction et leurs indices d'acide, mais des analyses plus fines des extraits restent à faire pour déterminer la qualité de nos extraits.

ANNEXE

DETERMINATION DU TAUX

D'HUMIDITE

Pour ce faire, il faut se munir de l'appareil de DEAN et STARK, le reactif utilisé et le xylène (benzène ou toluène). Nous procédons de la manière suivante:

Dans un ballon de 500 ml, nous introduisons 20 à 30 grammes ( $\pm 0,001$  g) de matière végétale. Nous versons ensuite 200 ml de xylène dans le ballon, que nous surmontons d'un réfrigérant muni d'un récipient gradué. Ensuite nous portons à reflux (2 à 4 gouttes par seconde); jusqu'au moment où le niveau d'eau reste constant et le solvant surnageant l'eau dans le récipient devient limpide, vers la fin du dosage, nous augmentons le chauffage afin de récupérer toutes les gouttes déposées sur les parois du réfrigérant; enfin, nous laissons refroidir, ensuite nous notons le volume d'eau dans le récipient.

La teneur en eau dans la matière végétale est calculée par la formule suivante:

$$H = (V \cdot 0,998) 100/G$$

H: Teneur en eau (%)

V: Volume d'eau (ml)

G: Masse de la matière végétale (g)



① BALLON DE  
DISTILLATION

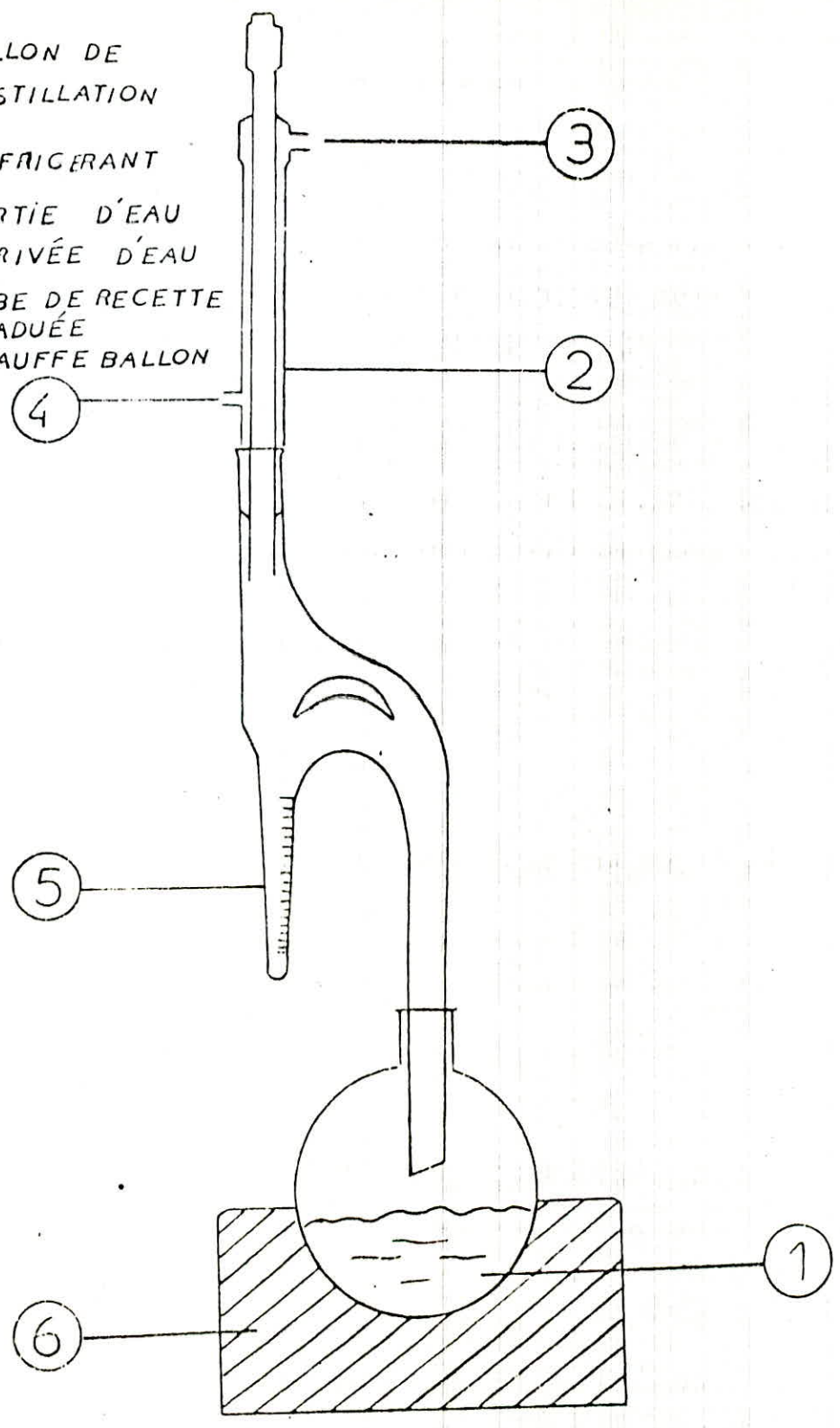
② REFRIGERANT

③ SORTIE D'EAU

④ ARRIVÉE D'EAU

⑤ TUBE DE RECETTE  
GRADUÉE

⑥ CHAUFFE BALLON



APPAREIL DE DEAN  
ET STARCK

## BIBLIOGRAPHIE

[1]- MORA.R

Therapeutie preparations containing cedar resin for  
alergie asthma -Japan Kokai 76,133, 409 (CIA 61 35/78) 19  
nov 1975 . App 564, 332 Apr 1975 . 6 pp

[2]- MORA.R

Composition for treating asthma, Brit 1,527, 656 (CI A61 K  
35/78) ,04 oct 1978 Appl 76/12 , 869.31 Mars 1976

[3]- Analytical method comitée

Analyst, 109, 1984, 1339

[4]- Guenther.E

The essential oil, vol 1, Ed Krieger 3<sup>e</sup> Ed, 1982

[5]- Shibamoto.T

Chromat, SCI, 105, 1981, 455

[6]- Bondy.P

Economie forestière nord Africaine-Monographie et  
traitement des essences résineuses. Ed la rose T II.1950

[7]- Callen.G

Les conifères utilisés en Europe . Ed J.B. Baillievi,I 1976

- [8]- Guerguier.E  
Technologie des produits aromatiques et synthétiques  
Ed. Plodir 1980
- [9]- Grimal  
Comptes rendus de l'académie des sciences, Paris 1902
- [10]- Pfeau.A  
Helv chmi Acta, 1932, 15
- [11]- Pfeau. A et platter P.L  
Helv chie Acta, 1934, 17
- [12]- Bredenberg. J.B et Erdtman. H  
Acta chem scande, 1961, 15
- [13]- Krishna Rao. G.S  
sukh, Dev, et Pe guha, J.Indian chem soc, 1952, 29
- [14]- Joseph. T.C  
Sukh, tetvahedron 1968. 24.
- [15]- Plather. M et teisseire. P  
Recherchés. 19. 1974. 153
- [16]- Boumghar - M.Y  
Techniques d'extraction appliquées aux espèces  
forésières. Contribution à l'étude analytique des huiles  
essentielles extraites. Thèse magistère. ENP Alger Mars  
1989.

[17]- Benyoussef -F.H

Etude du procédé d'extraction du bois de cédre de l'atlas par l'hexane. Contribution à l'étude analytique des extraits obtenus. These de majister. 11 Juin 1990 E.N.P. ALGER

[18]- Duval.C

Dictinnaire de la chimie

[19]- Norme A.F.N.O.R Nft 75-113

Huiles essentielles, détermination du pouvoir rotatoire, Juin 1982

[20]- Norme A.F.N.O.R Nft 75-112

Huiles essentielles, détermination de l'indice de refraction acout 1977.

[21]- Norme A.F.N.O.R Nft 75-101

Evaluation de la miscibilité à l'éthanol, juin 1982

[22]- Gilcheister E.S.S HOFFMANN. S

DIE atévischen Öle, 2<sup>e</sup> ed tIII, 1919

[23]- Massy

Bull Soc Sci natin. Maroc, Betan App, 16, 1924, 101

[24]- Anonyme

Bull Imp Inst 21, 1923, 501

- [25]- Techniques de l'ingenieur J-2782 extraction. liquide-  
solide. Technique et appareillage.
- [26]- Techniques de l'ingenieur J-2780 extraction. liquide.  
solide. Aspects theoriques.
- [27]- Girardot.  
Fabrication des essences et des parfums. Chimie des  
parfums.
- [28]- GUEORGIEV.E et D.G KUTCHKOVA  
On the extraction of animal wormwood, revista Italiana  
E.P.R.O.S maggio 1978
- [29]- Vignon. V  
Papier de la IV<sup>e</sup> conférence national, N.T.S.C.P.  
Pharmachum, Varna 1982 (196) 211.
- [30]- Angelechts. O.M  
Revue des oleagineux, N° 8,9 Aout Sep 1968
- [31]- Carree  
Precis de technologie et de chimie industrielle,  
T III, Ed. J. Bailliere et fils, 1953
- [32]- Gagnaire. G  
Extraction et purification
- [33]- Van Wankle. M  
Distillation, [Ed Mc Graw-Hill, 1967

Les parfums naturels Ed et CI 1974

[35]- Bacchio.

Parfums, cosmétiques et arômes 1985

[36]- Lemberg. B. S

Parfumer and flaronst ed 11. 1981

[37]- Roudnituka. E

Le parfum, que sais-je, 1987

[38]- Bernard. T et Perineau. F

Parfums, Cosmétiques, arômes, 84, 1988.

[39]- William Ponchet

Parfums, Cosmétiques et savons

Tom 1, Ed. Dunod 1951.

[40]- Dahoun - y

Influence du mode d'extraction sur le rendement et la composition des essences du bois de cèdre de l'Atlas Algérien. Mémoire de fin d'études ENP-1990

[41]- <sup>d</sup>Oulmadi - A

Travaux en cours.

[40]- Nedjahi - A

La croissance et la productivité du cèdre de l'Atlas à Chrea, Annales de la recherche forestière en Algérie, Sem INRF-vol II n[2. 1987, 27

