# Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Ecole Nationale Polytechnique – Alger Département de Génie Chimique



#### Projet de fin d'études

Thème:

Modélisation de la consommation énergétique lors de l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation

Proposé et dirigé par : Etudié par :

Pr. E-H. BENYOUSSEF Aziza MELLAK
Ghania KHIAR

Soutenu le 23 Juin 2013 devant le jury composé de :

**Promotion 2013** 

#### Remerciements

Le travail présenté dans ce projet de fin d'étude a été réalisé au sein du laboratoire de valorisation des énergies fossiles, département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, sous la direction de Monsieur E.H BENYOUSSEF, professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique.

Nous souhaitons dans un premier temps remercier le professeur E.H BENYOUSSEF, de nous avoir accompagnés tout au long de ce projet de fin d'étude. Pour ses précieux conseils et son investissement dans l'élaboration de ce dernier.

Nous tenons également à lui exprimer notre reconnaissance pour la confiance qu'il nous a toujours accordée, pour son soutien, sa grande disponibilité, son implication et son aide pour la correction de ce travail. Nous vous remercions sincèrement aujourd'hui. Même si vous nous répétez à chaque fois la phrase « ne me remerciez pas, je ne fais que mon travail », mais il faut que vous sachez que vous faites bien plus que votre travail monsieur le professeur.

A madame R.DERRICHE, professeur à l'ENP, nous sommes très touchées de l'honneur que vous nous faites en acceptant de présider le jury de notre soutenance. Soyez assurée Madame, de tout notre respect et de notre profonde gratitude.

Madame S.CHARCHARI: professeur à l'ENP, Madame F.MOHELLEBI: Maître de conférences (A) à l'ENP. Veuillez accepter nos plus vifs remerciements pour votre présence dans ce jury. Nous tenons également à vous remercier pour votre bonne humeur et votre sourire durant les trois années au sein du département.

Nous ne pouvons terminer ces remerciements, sans adresser un immense Merci à tous les professeurs dynamiques, professionnels et agréables qui ont contribué à notre formation et avec qui nous avons eu l'honneur de découvrir le génie chimique, en particulier Mr Ahmed Zaid et Mme Kies qui nous ont transmis l'amour du métier d'ingénieur.

#### **Dédicace**

#### Je dédie ce travail:

A mes parents, pour leur soutien infaillible tout au long de mes années d'étude. Pour eux qui ont mis leur vie de côté pour s'en occuper de celle de leurs enfants. Pour tous les sacrifices, l'amour et la tendresse qu'ils nous apportent dans chaque étape de notre vie.

A mes sœurs Radia et Chemssy (le centre du monde de la famille).

A mon grand-père BOUAS —Que son âme repose en paix- qui cherchait toujours quand est-ce je termine mes études pour que je commence à travailler. Maintenant que c'est fait, tu n'es plus là. J'espère que tu es fier de moi de là ou tu es.

A mon grand-père PAPA Hedj, et à mes grandes mères Yaya et Mani.

A toute ma grande famille, mes oncles et mes tantes, mes cousins et cousines spécialement Lotfi.

A mes amies de Polytechnique : Hind, Hayet et Ghania. Avec qui j'ai partagé les bancs des salles du département durant ces trois dernières années. Pour tous les moments passés ensemble : les révisions précipités, les EMD incompréhensibles, les corrigés non clairs, les sorties imprévues et tous les moments de tristesse qui me les ont rendu des moments de joie grâce à leur conseils et leur savoir vivre.

A ma cousine Yasmine, la seule personne qui me connait par cœur, qui détecte chacune de mes intentions juste avec un regard. A notre complicité, nos stratégies et nos projets.

A mes amis du lycée: Nesrine, Islem, Sarah, Wahid, Selma, Lemy, Wahid, Amirouche et Réda avec qui je m'amuse et je rigole d'une façon assez unique.

A Kamyl, qui a été là à chaque moment durant la période de préparation du PFE. Pour tous ses encouragements et ses taquineries au même temps.

Et enfin aux personnes qui ont cru en moi et m'ont soutenu jusqu' à ce jour spécialement Hamimi.

Aziza

#### **Dédicace**

A une personne très particulière pour moi, celle qui a su, d'une manière ou d'une autre, me guider dans toutes les circonstances de la vie, qui a toujours cru en moi, qui n'a ménagé aucun effort pour me soutenir et me voir réussir,

ma très chère mère que je ne saurai jamais la remercier pour autant;

A mon père, mon frère et ma sœur que j'aime énormément;

A ma grande famille,

A ceux qui me sont très chers, qui m'ont beaucoup apporté

avec leurs: présence, affection et conseils;

A tous les professeurs que j'ai eu;

A mon amie d'enfance, asmaa;

A tous mes amis, camarades et copines;

Je dédie

ce modeste travail

en signe de reconnaissance et d'amour.

Ghania

#### وضع نموذج لاستهلاك الطاقة في استخراج الزيوت الأساسية عن طريق التقطير بالبخار

يتمثل هذا العمل في إجادة استهلاك الطاقة في حالة عملية التقطير بالبخار من الزيوت الأساسية. تحقيقا لهذه الغاية، وضع نماذج فينقل المادة يظهر حركية سريعة في عملية التقطير بالبخار في وقت مبكر والتي تميل إلى إبطاء مع الوقت. باعتبار القوة الكهربائية موحدة خلال طوال وقت استخراج الزيوت الأساسية، نلاحظ أن المقتطف المستخلص في وقت مبكر من العملية يستهلك طاقة أقل من ذلك الذي حصل عليه في نهاية الاستخراج. هدفنا هو تطوير نموذج قادر على تحديد الحل الأمثل والتي في الواقع يمثل حلا وسطا بين كمية الزيت الأساسية المنتجة والطاقة المستهلكة. وهكذا، وجدنا أنه من المغيد عدم تمديد وقت تقطير الزيوت الأساسية حتى استنفاد النبات ودلك لاستهلاك كبير جدا للطاقة مع نقص معتبر الغاية بالنسبة للغلة.

الكلمات الأساسية: التقطير ببخار الماء،الزيوت الأساسية، النمذجة، الحركية ،استهلاك الطاقة.

#### Résumé:

# Modélisation de la consommation énergétique lors de l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation

Le présent travail est orienté vers la maitrise de la consommation d'énergie dans le cas du procédé de l'hydrodistillation des huiles essentielles. A cet effet, la modélisation du transfert de matière montre une cinétique rapide au début du processus et qui tend à se ralentir dans le temps. Comme la puissance électrique est uniforme pendant toute la durée d'extraction, l'extrait récupéré en début du processus s'avère moins couteux énergétiquement que celui obtenu en fin d'extraction. Notre ambition était d'élaborer un modèle à même de déterminer un optimum qui représenterait en fait un compromis entre la quantité d'huile produite et la consommation énergétique. Ainsi, nous avons constaté qu'il est avantageux de ne pas prolonger la durée d'extraction jusqu'à épuisement du végétal car la consommation énergétique augmente fortement pour un rendement qui évolue très faiblement, à partir d'un certain temps d'extraction.

**Mots clés :** hydrodistillation, huiles essentielles, modélisation, cinétique, consommation énergétique.

#### Abstract:

## Modeling of energy consumption in the extraction of essential oils by steam distillation

This work is oriented towards the mastery of energy consumption in the process of steam distillation of essential oils. To this purpose, the modeling of mass transfer shows a rapid kinetic in the beginning of the process that tends to slow down over time. As the electric power is uniform in all extraction time, the extract recovered in the outset of the process is less expensive in energy than that obtained at the end of extraction. Our goal was to develop a model capable of determining an optimum which in fact represents a compromise between the amount of oil produced and energy consumption. Thus, we found that it is not advantageous to extend the extraction time until exhaustion of the plant as energy consumption is very high for a very low yield increase.

**Keywords:** Hydrodistillation, essential oils, modeling, kinetic, energy consumption.

#### Sommaire

Introduction	1
Chapitre I : Extraction des huiles essentielles	3
I.1. Les huiles essentielles	4
I.1.1.Définition d'une huile essentielle	4
I.1.2. Propriétés physiques des huiles essentielles	4
I.1.3. Composition chimique des huiles essentielles	4
I.1.4. Répartition et localisation des huiles essentielles	5
I.1.5 Utilisations principales des huiles essentielles	5
I.2. Procédés d'extraction des huiles essentielles	7
I.2.1.Distillation à la vapeur d'eau	7
I.2.1.1.Hydrodistillation	8
I.2.1.2.Entrainement à la vapeur d'eau	9
I.2.1.3.Hydrodiffusion	11
I.2.1.4.Techniques de distillation à la vapeur d'eau améliorées	12
I.2.1.4.1.Entrainement à la vapeur en surpression modérée :	12
I.2.1.4.2.Turbo distillation:	13
I.2.1.4.3.Hydrodistillation assistée par micro-ondes :	13
I.2.1.4.4.L'extraction assistée par micro-ondes combinant l'hydrodiff	usion et la
gravité	14
I.2.2.Extraction par expression	15
I.2.3.Distillation sèche	16
I.3.Autres procédés d'obtention des extraits végétaux :	17
I.3.1.Enfleurage/Macération à chaud	17
I.3.2.Extraction par solvants volatils	18
I.3.3.Extraction par fluide à l'état supercritique	18
I.3.4.Quelques nouvelles techniques	19
I.3.4.1.Extraction avec de l'eau sous-critique	19
I.3.4.2.Extraction par solvant assistée par micro-ondes	20
Conclusion	21

Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles	22
essentielles	,
II.1. Transfert de matière	23
II.1.1. Loi de Fick	23
II.1.2. Transfert de matière par diffusion moléculaire	23
II.1.3. Théorie de transfert de matière entre phases	29
II.2.Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles	30
II.2.1.Modèle de Sovova et al	30
II.2.2.Modèle de Benyoussef et al	32
II.2.3.Corrélation de Babu et al	34
II.2.4.Modèle de Milojevic et al	35
II.2.5.Avantages et inconvénients de chaque modèle	36
Conclusion	37
Chapitre III : Audit énergétique	38
III.1.Gestion de l'énergie dans l'industrie	39
III.1.Moyens d'économie d'énergie	39
III.3.Définition de l'audit énergétique	40
III.4.Objectifs de l'audit énergétique	40
III.5.Organigramme de l'audit énergétique	41
III.6.Estimation du cout de production des huiles essentielles	42
Conclusion	43
Chapitre IV : Modélisation de la consommation énergétique lors de l'extrac	tion
des huiles essentielles par hydrodistillation	44
IV.1.Présentation du matériel végétal.	45
IV.2.Cinétiques d'extraction	47
IV.3. Simulation des cinétiques d'extraction	50
IV.4. Simulation des vitesses d'extraction	54
IV.5. Modélisation énergétique	57
Conclusion	68
Conclusion générale	69

### Liste des figures

Figure I.1 : Montage de l'hydrodistillation9
Figure I.2: Montage de l'entrainement à la vapeur d'eau
<b>Figure I.3</b> : Dispositif schématisé de l'extraction des huiles essentielles avec cohobage ( <b>a</b> : Entrainement à la vapeur d'eau, <b>b</b> :Hydrodistillation)
Figure I.4: Montage de l'hydrodiffusion
<b>Figure I.5</b> : Schéma du dispositif de la distillation assistée par micro-ondes14
<b>Figure I.6</b> : Schéma du dispositif de l'extraction assistée par micro-ondes, combinant l'hydrodiffusion et la gravité
<b>Figure I.7</b> : Dispositifs d'extraction d'huiles d'agrumes par expression
<b>Figure I.8</b> : Extraction par distillation sèche
<b>Figure I.9</b> : Extraction par enfleurage
<b>Figure I.10 :</b> Schéma du système d'extraction par CO <sub>2</sub> sous critique19
Figure I.11 : Schéma du système d'extraction par de l'eau sous-critique20
Figure IV.1: Planche botanique d'ArbutusunedoL
Figure IV.2 : planche botanique de genévrier commun
<b>Figure IV.3</b> : Cinétiques d'extraction de l'huile d'arbousier
<b>Figure IV.4</b> : Cinétiques d'extraction de l'huile de genévrier50
<b>Figure IV.5:</b> Cinétiques d'extraction de l'huile de genévrier simulées avec le modèle de 1 <sup>èr</sup> ordre
<b>Figure IV.6:</b> Cinétiques d'extraction de l'huile d'arbousier simulées avec le modèle de 1 <sup>èr</sup> ordre
<b>Figure IV.7:</b> Cinétiques d'extraction de l'huile de genévrier simulées avec le modèle de Sovova
<b>Figure IV.8:</b> Cinétiques d'extraction de l'huile d'arbousier simulées avec le modèle de Sovoya

<b>Figure IV.9</b> : L'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle d'arbousier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe, simulée
par le modèle du 1 <sup>er</sup> ordre
<b>Figure IV.10 :</b> l'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle d'arbousier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe, simulée par le modèle de Sovova
<b>Figure IV.11</b> : L'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle de genévrier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe, simulée par le modèle du 1 <sup>er</sup> ordre
<b>Figure IV.12</b> : L'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle de genévrier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffage, simulée par le modèle de Sovova
<b>Figure IV.13</b> : L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile essentielle d'arbousier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle du 1 <sup>er</sup> ordre
<b>Figure IV.14</b> : L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile essentielle d'arbousier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova
<b>Figure IV.15</b> : L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile essentielle de genévrier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle du 1 <sup>er</sup> ordre
<b>Figure IV.16</b> : L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile de genévrier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova
<b>Figure IV.17</b> : L'évolution du rapport R/R∞ en fonction du temps, simulée par le modèle du 1 <sup>er</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier61
<b>Figure IV.18</b> : L'évolution du rapport R/R∞ en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova, dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier
<b>Figure IV.19</b> : L'évolution du rapport R/R∞ en fonction du temps, simulée par le modèle du 1 <sup>er</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier
<b>Figure IV.20</b> : L'évolution du rapport R/R∞ en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova, dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier62
<b>Figure IV.21</b> : L'évolution de la consommation énergétique en fonction du rapport $q/q\infty$ , simulée par le modèle du 1 <sup>er</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile de l'arbousier

Figure IV.22 : L'évolution de la consommation énergétique en fonction du rapport

$q/q\infty$ , simulée par le modèle du 1 er ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier
<b>Figure IV.23</b> : Variations de k en fonction de la puissance de chauffe dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier
<b>FigureIV.24</b> : Variations de k en fonction de la puissance de chauffe dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier
Figure IV.25: L'évolution de la consommation énergétique en utilisant un chauffage
électrique et par biomasse, simulée par le modèle du 1 <sup>èr</sup> ordre, dans le cas de l'extraction
de l'huile de l'arbousier67
Liste des Tableaux
<b>Tableau IV.1</b> : Paramètres du modèle de 1 <sup>er</sup> ordre, trouvés par la simulation à l'aide
duMatlab, pour l'huile de genévrier51
<b>Tableau IV.2 :</b> Paramètres du modèle de 1 <sup>er</sup> ordre, trouvés par la simulation à l'aide

duMatlab, pour l'huile d'arbousier......52

#### Abréviations et symboles

```
Coefficient de diffusion de matière (m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>);
D:
              Coefficient de diffusion effectif:
D_{eff}:
D_{ik}:
              Coefficient de diffusion de j dans k;
E:
              Energie;
J_i:
               Flux diffusionnel de l'espèce j;
N:
              Masse de la matière végétale dans le ballon;
              Flux de transfert de l'espèce j (kg.m-<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>);
N_i:
P:
              Puissance électrique de chauffage;
P*:
              Puissance de chauffage optimale;
Q:
              Débit de vapeur ;
S:
              Surface (m<sup>2</sup>):
              Constante de temps (min<sup>-1</sup>);
T_1, T_2:
T_i:
              Flux de transport du composant j;
              Volume (m<sup>3</sup>);
V :
            Concentration de soluté à l'état lié;
X_{\rm f}
X_1
            Concentration de soluté à l'état libre ;
              Fraction d'huile dans les cellules cassés;
e :
f':
              Paramètres du modèle de Sovovà:
g (t):
              Masse relative de soluté dans la phase vapeur ;
              Pseudo-constante de vitesse;
k_c:
k_v:
              Coefficient de partage vapeur-liquide;
              Coefficient de partage du soluté entre l'huile superficielle des cellules
kw:
                                     cassées et le liquide;
              Normale;
n:
              Rendement en huile essentielle à un temps t donné;
q:
             Rendement en huile essentielle à un temps t infini;
q_{\infty}
q0:
              Concentration initiale moyenne de l'huile essentielle dans les baies ;
              Concentration moyenne de l'huile essentielle dans les particules végétales
q_p:
t:
              Temps;
\mathbf{v}:
              Vitesse:
```

 $v_j$ : Vitesse de déplacement de l'espèce j;

x: Distance le long de la direction de diffusion,

x<sub>b</sub>: Concentration massique de l'huile dans les cellules cassées

(masse d'huile/masse du végétal);

x<sub>s</sub>: Concentration massique en composés hydrosolubles dans le flux

de cohobage;

 $x_v$ : Concentration massique de l'huile dans la phase vapeur

(masse d'huile/masse de vapeur).

 $x_w$ : Concentration massique de l'huile dans l'eau bouillante

(masse d'huile/masse d'eau).

#### Introduction générale

La consommation d'énergie continue sa forte progression dans les industries, ce qui accélère le rythme d'épuisement des ressources énergétiques et provoque une dégradation de l'environnement, l'optimisation de l'énergie est donc un enjeu essentiel pour faire face à des défis écologiques et économiques croissants.

L'extraction des huiles essentielles par distillation à la vapeur d'eau implique la consommation d'une quantité d'énergie nécessaire à la production de cette vapeur, une optimisation de cette consommation énergétique est, donc, nécessaire pour accompagner la demande croissante des huiles essentielles, utilisées dans une large gamme de produits, suite aux progrès réalisés dans les industries pharmaceutique, cosmétique et alimentaire.

L'objectif de ce travail est d'élaborer un modèle permettant de représenter l'évolution de cette consommation énergétique au cours du processus d'extraction.

Au début, nous nous sommes posé les questions suivantes : est-il vrai que les processus d'extraction sont énergivores ? Si oui, pourrions-nous arriver à trouver des recommandations permettant de rationnaliser la consommation énergétique lors de l'extraction des huiles essentielles ?

Ainsi, notre travail est organisé autours de quatre chapitres:

Dans le premier chapitre, nous avons résumé les résultats d'une recherche bibliographique sur les huiles essentielles ainsi que les techniques traditionnelles et innovantes permettant de les extraire à partir des plantes.

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté des généralités sur le transfert de matière et quelques travaux, relatifs à ce phénomène, modélisant les cinétiques d'extraction des huiles essentielles.

Le troisième chapitre comprend des notions sur la gestion de l'énergie en général, et l'audit énergétique en particulier.

Enfin, le quatrième et le dernier chapitre est réservé à la description de la démarche adoptée pour modéliser l'évolution de la consommation énergétique lors de l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation, aboutissant à des recommandations permettant de rationnaliser cette consommation énergétique.

Depuis des siècles, les huiles essentielles comme d'autres extraits, grâce à leurs vertus thérapeutiques et aromatiques, ont occupé une place importante dans la vie quotidienne de l'homme, qui n'a cessé de développer des techniques permettant de les récupérer, à partir des plantes afin de pouvoir les utiliser pour son hygiène, sa nourriture, et sa santé.

#### I.1 Les huiles essentielles :

#### I.1.1 Définition d'une huile essentielle :

L'huile essentielle est définie comme l'extrait naturel de plantes ou d'arbres aromatiques.

Les substances aromatiques naturelles, appelées essences, sont produites dans des glandes spécialisées de différentes parties des plantes (fleur, feuille, tige, écorce, racine, fruit, graine). L'huile essentielle ne se compose que de substances aromatiques volatiles, elle est soluble dans l'huile et dans l'alcool mais pas dans l'eau.

La norme française, AFNOR NF T 75-006 [1], donne comme définition « produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus, soit par distillation sèche.

Dans la pratique courante, le terme d'essence ou d'huile essentielle est parfois utilisé pour désigner des produits odorants issus de la dégradation enzymatique d'un substrat de la plante. Dans le cas des fruits, on parle d'arômes [2].

#### I.1.2 Propriétés physiques :

Liquides à température ambiante, les huiles essentielles sont volatiles, ce qui les différencie des huiles fixes. Très rarement colorées, ce sont des liquides d'odeur et de saveur généralement forte [3]. Elles sont peu miscibles à l'eau, voire non miscibles. En revanche, elles sont généralement assez solubles dans les solvants organiques [4].

#### I.1.3 Composition chimique des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes et éminemment variables de constitutions qui appartiennent, de façon quasi exclusive, à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes: le groupe des terpénoïdes d'une part (monoterpènes et sesquiterpènes) et celui des composés aromatiques dérivés du phénylpropane, beaucoup moins fréquent, d'autre part. Elles peuvent également renfermer divers produits issus de processus de dégradation mettant en jeu des constituants non volatils [2].

#### I.1.4 Répartition et localisation des huiles essentielles :

#### • Répartition :

Les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs, il y aurait plus de 17 500 espèces aromatiques [2].

Elles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux : les fleurs, les feuilles, et moins souvent les écorces, les bois, les racines, les rhizomes, les fruits et les graines [2]. De façon générale, les huiles essentielles sont présentes en très petite quantité : 1 à 2% de la matière sèche au maximum.

#### • Localisation :

Les huiles essentielles sont synthétisées dans le cytoplasme des cellules végétales spécialisées. Elles s'accumulent en général dans des structures glandulaires variables suivant les familles botaniques. Elles sont localisées en surface sous la cuticule pour une sécrétion exogène ou en profondeur dans les tissus parenchymateux pour une sécrétion endogène [5].

Ces structures peuvent être des cellules sécrétrices (Lauraceae, Magnoliaceae, Zingiberaceae), des poils sécréteurs (Labieae et Geraniaceae), des poches sécrétrices (Myrtaceae et Rutaceae) ou des canaux sécréteurs (Ombeliffereae et Conifereae) [2,6].

#### I.1.5 Utilisations principales des huiles essentielles :

#### **En pharmacie:**

Les propriétés pharmacologiques des huiles essentielles leurs confèrent une utilisation médicale. Elles ont en effet :

• Un pouvoir antiseptique: contre des bactéries variées ainsi que des champignons et levures. Citons les huiles essentielles de thym, girofle, lavande, eucalyptus. Le thymol, constituant principal de l'huile essentielle de thym est 20 fois plus antiseptique que le phénol [2].

- Des propriétés spasmolytiques et sédatives: certaines drogues à huiles essentielles (menthe, verveine) sont réputées efficaces pour diminuer les spasmes gastro-intestinaux. L'amélioration de certaines insomnies et de troubles psychosomatiques divers est également notée [2].
- **Des propriétés anti-inflammatoires :** de nombreuses crèmes, pommades à base d'huile essentielles, sont destinées à soulager entorses, courbatures ou claquages musculaires [2].

Selon l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS), 80% de la population mondiale a recours aux médecines traditionnelles pour satisfaire des besoins en soins de santé primaire [7,8]. Cet intérêt est essentiellement dû au caractère peu onéreux et plus accessible de la médecine traditionnelle par rapport à la médecine conventionnelle importée, plus coûteuse et difficilement accessible. [9].

#### **En parfumerie:**

C'est le principal débouché des huiles essentielles. La cosmétologie et le secteur des produits d'hygiène sont aussi consommateurs, même si le coût élevé des produits naturels conduit à privilégier parfois les produits synthétiques [2]. Elles sont intégrées dans les produits solaires ainsi que de nombreux produits d'ambiance [10]. On les retrouve aussi dans des préparations pour bains (bains calmants ou relaxants) avec possibilité d'absorption percutanée de ces constituants [2]. Intégrées aux huiles de massage, leur teneur ne doit pas dépasser 3 à 4%. Il y'a alors possibilité d'absorption percutanée [11].

#### **Dans les industries agro-alimentaires :**

Certaines drogues sont utilisées en nature (épices et aromates), d'autres sous forme d'huiles essentielles ou de rétinoïdes dispersés, encapsulés ou complexés. Si la réfrigération et d'autres moyens de conservation se sont substitués aux épices pour assurer la conservation des aliments, le développement de nouvelles pratiques culinaires (plats préparés, surgelés), le gout pour l'exotisme et les qualités gustatives, conduisent à une rapide augmentation de la consommation de ce type de produits. On note leur intégration dans : les boissons non alcooliques, les confiseries, les produits laitiers ou carnés, les soupes ainsi que les sauces [2].

#### **❖** Dans d'autres domaines :

Ce sont surtout des industries chimiques qui utilisent des isolats (substances pures isolées des huiles essentielles) comme matières premières pour la synthèse de principes actifs médicamenteux, de vitamines, de substances odorantes, etc... [2]

Les huiles essentielles entrent dans la composition des produits d'entretien et de dégraissage. Le d-limonène employé depuis cinquante ans comme arôme, est de plus en plus utilisé ces dernières années comme nettoyant et dégraissant. On le retrouve dans l'entretien mécanique, la fabrication de produits métalliques, le nettoyage du fuselage des avions et le nettoyage des modules de circuits imprimés [12].

#### I.2. Procèdes d'extraction des huiles essentielles :

#### I.2.1.Distillation à la vapeur d'eau :

La distillation à la vapeur d'eau est une des pratiques anciennes de séparation des huiles essentielles, en effet, ces dernières, vu leurs caractères lipophile et volatil, sont entrainables à la vapeur d'eau, une partie de cette dernière se condense, au cours du processus, sur la charge végétale en cédant de la chaleur nécessaire à l'évaporation de l'huile essentielle.

- Dans le cas des huiles essentielles « superficielles », la température de la vapeur d'eau chargée en huile essentielle mais non saturée et celle de l'eau condensée sur le végétal sont légèrement supérieures à la température de la vapeur d'eau saturée en huile essentielle. C'est ce gradient de température qui permet le transfert de chaleur nécessaire à l'évaporation de l'huile essentielle [13].
- Dans le cas des huiles essentielles contenues à l'intérieur du végétal, la vapeur d'eau condensée imprègne la charge, un gradient thermique s'établit tel que la température la plus basse se situe au cœur du végétal, le mélange d'eau bouillante et d'huile essentielle, diffuse lentement à l'intérieur du végétal vers l'extérieur.

La diffusion de l'huile essentielle étant le facteur qui limite la vitesse de l'extraction, la vapeur d'eau se charge en huile essentielle mais sans atteindre la

saturation, par conséquent l'extraction de l'huile interne exige plus de temps et de vapeur que celle de l'huile interne [13].

#### I.2.1.1.L'hydrodistillation:

Ce procédé consiste à immerger la matière végétale dans un alambic rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le mélange est ensuite porté à l'ébullition. Les molécules aromatiques des cellules végétales libérées forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique [2].

Mélange azéotrope : mélange dont la température d'ébullition est commune et inferieur à la température d'ébullition de chaque composé

La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeur des constituants est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange "eau +huile essentielle" distille à une température inférieure à 100°C à pression atmosphérique [14].

Les vapeurs chargées en huile distillée seront condensées sur une surface froide, l'huile essentielle se sépare de la phase aqueuse, contenant les composés hydrosolubles, appelée eau de distillation (ou hydrolat), par différence de densité [2].

L'hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène qui met en jeu l'application de deux lois physiques (loi de Dalton et loi de Raoult) [15,16,17].

Un facteur important à considérer lors de l'hydrodistillation est que l'eau contenue dans le réservoir doit toujours être suffisante pour durer pendant tout le processus de distillation, et que l'action prolongée de l'eau chaude peut provoquer l'hydrolyse de certains constituants de l'huile essentielle [18].

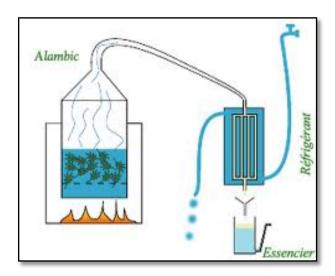


Figure I.1 : Montage de l'hydrodistillation

#### I.2.1.2.L'entrainement à la vapeur d'eau:

A la différence de l'hydrodistillation, la matière végétale à traiter n'est pas mise en contact direct avec de l'eau.

De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille perforée, et entraine l'huile essentielle, libérée des cellules, vaporisée sous l'action de la chaleur. Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle [18].

Pendant l'entraînement à la vapeur, les liquides immiscibles semblent distiller simultanément comme à partir de deux compartiments séparés, bien qu'en pratique, ils soient mêlés. Or leurs vapeurs constituent un gaz homogène, on parle alors de co-distillation [15].

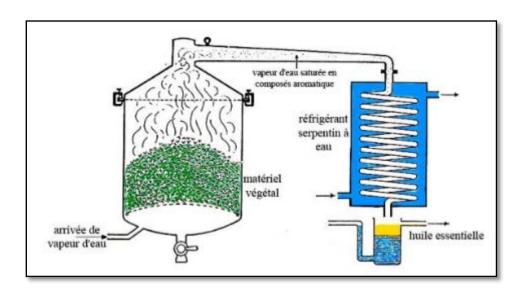
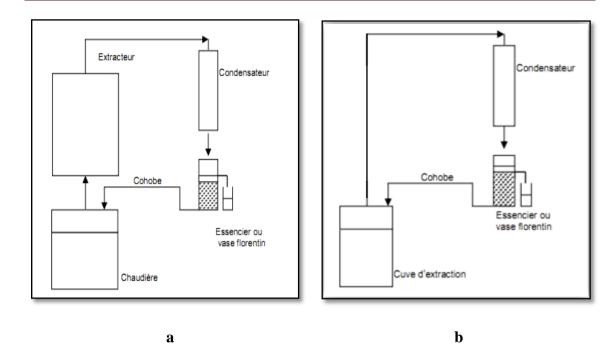


Figure I.2: Montage de l'entrainement à la vapeur d'eau.

Bien que la plupart des huiles essentielles ont de très faible solubilités dans l'eau, certaines huiles comme celles de rose, de lavande et de géranium ont une solubilité relativement élevé, en vue de récupérer les constituants hydrosolubles de ces huiles, la cohobation peut être utilisée dans le cas de l'hydrodistillation ou l'entrainement à la vapeur d'eau, elle consiste à recycler et rebouillir l'eau de distillation.

Il faut souligner ici que la recirculation prolongée de l'eau de distillation permet aux diverses impuretés et produits de décomposition des végétaux de s'accumuler dans le système, chose qui peut parfois nuire à la qualité de l'huile [18].



**Figure I.3**: Dispositif schématisé de l'extraction des huiles essentielles avec cohobage (a : Entrainement à la vapeur d'eau, b : Hydrodistillation)

#### I.2.1.3.L'hydrodiffusion:

Le procédé d'hydrodiffusion a été promu en 1981. Il est basé sur le brevet déposé par la firme suisse SCHMIDT SA [19].

Il s'agit d'une variante de l'entraînement à la vapeur qui consiste à faire passer, du haut vers le bas et à pression réduite, la vapeur d'eau au travers de la matrice végétale.

Dans ces conditions les cellules végétales sont soumises à une action "osmotique" du flux de vapeur d'eau. L'extrait associé à l'eau condensée au contact du végétal s'écoule vers un collecteur.

Le procédé est avantageux en termes de consommation de vapeur réduite, temps de distillation court et l'absence d'hydrolyse. Toutefois, en raison de la descente de l'extrait associé à l'eau condensée, et la co-extraction de d'autres composés non volatils (tels que les lipides, de la chlorophylle et des acides gras) et les composants polaires rend le processus compliqué [18], pour la récupération des composés aromatiques, on doit faire appel à la centrifugation, voire à une extraction liquide-liquide [20].

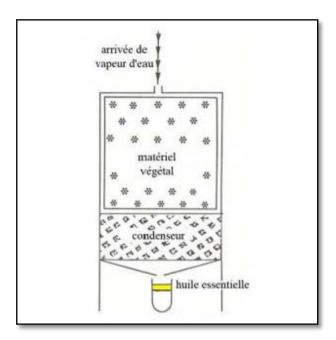


Figure I.4: Montage de l'hydrodiffusion.

#### I.2.1.4. Techniques de distillation à la vapeur d'eau améliorées :

Des améliorations ont été apportées aux techniques de distillation, en vue d'augmenter les rendements :

#### I.2.1.4.1.Entrainement à la vapeur en surpression modérée :

Méthode utilisée pour les huiles difficilement distillables [16]à pression atmosphérique du fait des masses moléculaires élevées de leurs constituants, par exemple le santal, le girofle, les rhizomes de vétiver et de gingembre [17,21].

Le prix et les contraintes des équipements nécessaires, en plus de l'influence des paramètres opératoires sur la qualité de l'huile obtenue contribuent à freiner l'utilisation du procédé [20].

#### I.2.1.4.2. Turbo distillation:

Technique développée en France par la Société DCF-AROMAPROCESS [22]

L'alambic est équipé d'une turbine qui permet d'une part, la dilacération du matériel végétal, d'autre part une agitation turbulente, d'où un meilleur coefficient de transfert (de chaleur et de matière), et une augmentation de la surface de vaporisation.

#### I.2.1.4.3.La distillation assistée par micro-ondes :

Les micro-ondes interagissent avec les dipôles des molécules polaires qui changent d'orientation et s'échauffent suite aux frictions entre les dipôles [23,24].

Le réacteur contenant le matériel végétal (avec ou sans l'eau [25]), est placé dans un four à micro-ondes.

Le système de réfrigération et celui de récupération des essences sont situés à l'extérieur du four.

D'après Paré et al [26] : l'élévation brutale de la température à l'intérieur des structures cellulaires riches en eau provoque une augmentation de la pression interne des cellules, conduisant à leur dislocation et la libération de leur contenu.

Dans le cas de matières premières à faible teneur en eau, ce sont les constituants polarisables du solide qui vont s'échauffer sous l'action des micro-ondes. Le gradient thermique qui s'établit, avec la température la plus élevée au cœur du solide, augmente la vitesse de diffusion des solutés [2].

**M-T Golmakani** et al [27] ont comparé les résultats de l'extraction de l'huile essentielle du Thym commun par hydrodistillation assistée par micro-ondes et ceux de l'hydrodistillation conventionnelle, qui étaient meilleurs pour la première en termes d'économie d'énergie et de temps d'extraction (1,24 kWh et 75 min respectivement contre 2 kWh et 4h pour l'hydrodistilation), et comparables en terme de composition de l'huile obtenue.

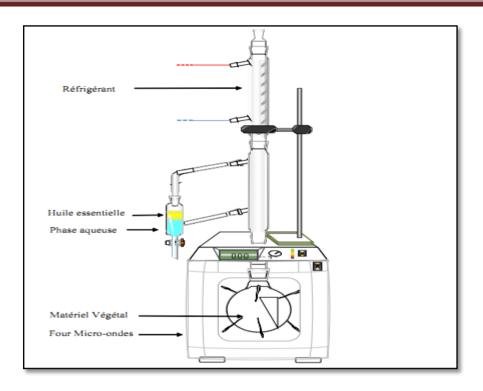


Figure I.5 : Schéma du dispositif de la distillation assistée par micro-ondes.

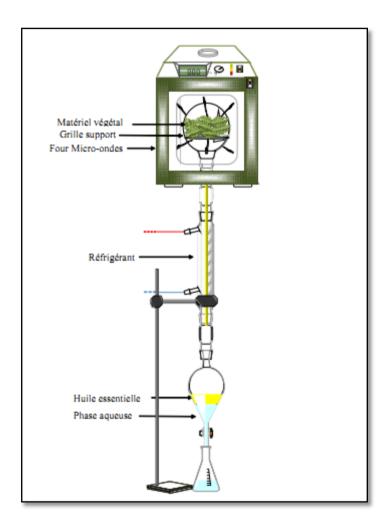
# I.2.1.4.4.L'extraction assistée par micro-ondes combinant l'hydrodiffusion et la gravité :

Cette technique, brevetée en 2008[28] qui combine le chauffage micro-ondes avec la gravité, a été conçue pour l'extraction de substances naturelles de matrices variées à l'échelle du laboratoire mais transportable à l'échelle industrielle.

La matière végétale fraîche, mise dans un alambic renversé, est placée directement dans un réacteur micro-ondes sans ajout de solvant organique ni d'eau. Le chauffage de l'eau de constitution de la matière végétale provoque l'éclatement des cellules et la libération des produits des métabolites secondaires avec l'eau de constitution.

M.Abert Vian et al [28] ont comparé l'extraction à partir de deux plantes aromatiques Menthe verte et Menthe Pouliot, par l'hydrodiffusion assisté par micro-ondes et gravité à l'hydrodistillation conventionnelle, Les extraits obtenus par la nouvelle technique en 30 min était quantitativement et qualitativement similaires à ceux obtenus par l'hydrodistillation conventionnelle, dont la consommation énergétique était de 3 kWh,

ce qui correspond à un dégagement de 2400g CO<sub>2</sub> contre 0,2 kWh pour l'hydrodiffusion assistée par micro-ondes et gravité, et un dégagement de 160g de CO<sub>2</sub>.



**Figure I.6** : Schéma du dispositif de l'extraction assistée par micro-ondes, combinant l'hydrodiffusion et la gravité.

#### **I.2.2: Extraction par expression:**

L'expression est utilisée seulement dans la production d'huiles d'agrumes. Le terme expression se réfère à tout processus physique dans lequel les glandes d'huiles essentielles dans l'écorce sont écrasées ou cassées pour libérer l'huile [29].

Cette méthode rapide et efficace donne une essence de bonne qualité [30].

Ce mode d'extraction à froid est choisis en raison de la fragilité des essences de certains fruits (par exemple : essence de citron, d'orange, de mandarine, de bergamote, de pamplemousse...) due à leurs composants, sensibles à la chaleur.





**Figure I.7**: Dispositifs d'extraction d'huiles d'agrumes par expression.

#### I.2.3.Distillation sèche:

Méthode citée par la pharmacopée européenne dans sa septième édition [31] comme utilisable pour l'extraction des huiles essentielles, utilisables dans le cas des végétaux fragiles tels que les pétales de rose, consiste à chauffer de façon très modérée la matière végétale sans ajout d'eau ou de solvant, puis condenser les substances volatiles.

Les rendements en huiles essentielle sont très faibles, bien que la qualité du produit obtenu soit assurée [32].

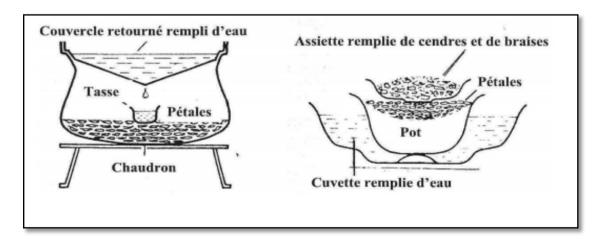


Figure I.8: Extraction par distillation sèche.

#### I.3.D'autres procédés d'obtention d'extraits végétaux :

Aux précédentes méthodes d'extraction des huiles essentielles, s'ajoutent d'autres permettant d'obtenir des extraits végétaux destinés à des utilisations en parfumerie ou en agroalimentaire.

#### I.3.1.L'enfleurage et la macération à chaud [29] :

Le principe de l'enfleurage est simple, certaines fleurs (par exemple tubéreuse et de jasmin) poursuivent les activités physiologiques de développement et dégagent leurs parfum, même après la cueillette, les graisses possédant un pouvoir d'absorption élevé, lorsqu'elles sont mises en contact avec ces fleurs odorantes, absorbent facilement l'odeur émise.

Dans la macération à chaud, utilisé pour les fleurs dont les activités physiologiques sont perdues rapidement après leur récolte comme lys de la vallée, le temps de l'extraction est réduit par l'immersion de pétales dans la matière grasse chauffée à  $45^{\circ}$  - $60^{\circ}$  C pendant 1 à 2 h, en fonction de l'espèce végétale.



**Figure I.9**: Extraction par enfleurage.

#### **I.3.2.Extraction par solvants volatils** [30]:

La matière végétale, chargée dans l'extracteur, est épuisée par lavages successifs par le solvant approprié, pendant une durée déterminée.

Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, le méthanol, le dichlorométhane et l'acétone.

Le solvant utilisé doit avoir un grand pouvoir de solubilisation et une bonne volatilité pour être facilement éliminé, il doit posséder aussi une certaine stabilité face à la chaleur, la lumière ou l'oxygène, et ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait.

Cette extraction, bien qu'elle permet de récupérer les composés « lourds » qui présentent un intérêt spécifique en fonction de leur structure moléculaire (flavonoïdes, triterpènes.) en plus des composés présents dans l'huile essentielle, son emploi reste relativement limité, en raison de problème de sécurité, toxicité et cout.

#### I.3.3.Extraction par fluide à l'état supercritique :

Un fluide à l'état supercritique, appelé aussi un gaz dense, est un fluide au-dessus de sa température critique  $(T_C)$  et sa pression critique  $(P_C)$  [33].

Un fluide supercritique est compressible (comportement similaire à un gaz), bien qu'il possède une densité proche d'un liquide [34].

Le dioxyde de carbone ( $CO_2$ ) est le solvant le plus utilisé comme fluide supercritique, grâce à ses propriétés, notamment ses coordonnées critiques  $T_C = 31,06$  ° C et  $P_C = 73,81$  bar, qui permettent son emploi à une température voisine de l'ambiante, afin d'éviter la dégradation des constituants thermiquement sensibles , et à des pressions « acceptables », le  $CO_2$  abondant et bon marché, présente en plus l'avantage d'être non toxique et non combustible[35].

Mais le CO<sub>2</sub> supercritique, de faible polarité, peut-être moins efficace pour extraire les composés les plus polaires. Pour pallier cet inconvénient, des composés très polaires (appelés co-solvants) sont ajoutés en petites quantités [34].

La plante est introduite dans l'extracteur, le CO<sub>2</sub> à l'état supercritique, acheminé vers ce dernier, se charge en composés extraits. Dans un séparateur, le CO<sub>2</sub> détendu, retrouve une forme gazeuse qui lui permet de se séparer de l'extrait [30].

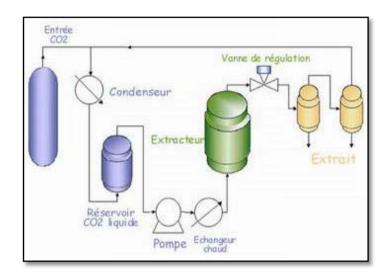


Figure I.10 : Schéma du système d'extraction par CO<sub>2</sub> sous critique.

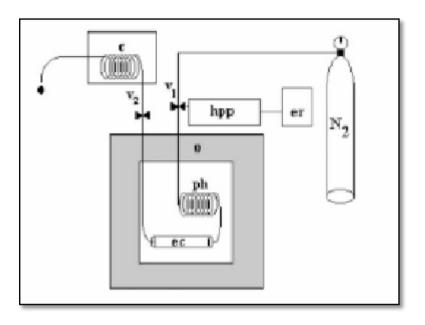
#### I.3.4 . Quelques nouvelles techniques :

#### **I.3.4.1.**Extraction avec de l'eau sous-critique [34] :

Ce procédé est effectué en utilisant de l'eau chaude (à 100 ° C jusqu'à 374 ° C : la température critique de l'eau) sous haute pression (généralement jusqu'à 10 bar) suffisante pour maintenir l'eau à l'état liquide.

L'eau à la température ambiante est un solvant très polaire, ayant une constante diélectrique relative proche de 80. Toutefois, ce niveau peut être diminué de manière significative à des valeurs proches de 27 lorsque l'eau est chauffée jusqu'à 250 ° C, Cette valeur de constante diélectrique est similaire à celle de l'éthanol étant par conséquent appropriée pour solubiliser les composés les moins polaires.

Le dispositif expérimental comprend un réservoir d'eau couplé à une pompe à haute pression pour introduire le solvant dans le système, d'un four, où la cellule d'extraction est placée et où l'extraction a lieu, et un dispositif d'étranglement pour maintenir la pression le long de la ligne d'extraction.



 ${f ec}$ : cellule d'extraction.  ${f ph}$ : pré-surchauffeur.  ${f er}$ : réservoir de solvant  ${f hpp}$ : pompe haute pression.  ${f c}$ : refroidisseur.  ${f o}$ : four,  ${\bf v}_1, {\bf v}_2$ : vannes

Figure I.11 : Schéma du système d'extraction par de l'eau sous-critique.

#### I.3.4.2. Extraction par solvant assistée par micro-ondes [36] :

Cette technique a été brevetée en 1990 par l'équipe canadienne de Paré et coll, et porte sur « l'extraction de produits naturels assistée par micro-ondes »,Ils proposaient d'irradier le matériel végétal en présence d'un solvant transparent aux micro-ondes tel que l'hexane. Ainsi les micro-ondes atteindraient directement les systèmes glandulaires et vasculaires du végétal.

#### **Conclusion:**

Le processus d'extraction d'une huile essentielle, qui représente un mélange de substances aromatiques de propriétés physiques différentes, doit être bien choisis et conduit, afin de conserver ses qualités qui permettent par la suite de l'incorporer dans différents produits.

# Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles

La modélisation, qui n'est autre qu'une procédure permettant d'approcher le comportement d'un système donné, doit prendre en compte dans le cas de l'extraction des huiles essentielles, en plus des notions théoriques relatives au transfert de matière, plusieurs facteurs, liés à la composition complexe de ces dernières, à la structure non uniforme de la matière végétale et aux conditions opératoires, afin de pouvoir établir des modèles à paramètres significatifs.

Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

II.1. Transfert de matière :

Le transfert de matière est le transport d'un ou de plusieurs constituants d'un mélange,

d'un fluide ou d'un solide à l'intérieur d'une phase ou à travers ses limites vers une

autre phase.

La force motrice d'un transfert de masse est l'existence d'un gradient de concentration,

l'expérience montre que les constituants d'un mélange se déplacent des régions de

fortes concentrations vers celles de faibles concentrations pour amener tout système à

l'équilibre thermodynamique [37].

II.1.1. Loi de Fick: [37]

La première loi de Fick donne l'expression du flux de matière dû à la diffusion

moléculaire.

Le flux diffusionnel du composant j est proportionnel au gradient de concentration :

gradC<sub>i</sub>.

Dans un mélange binaire (j; k)

$$J_{j} = -D_{jk} \cdot g\overline{r}ad(C_{j}) \tag{II.1}$$

Avec

Cj: concentration de j,

D<sub>ik</sub> : coefficient de diffusion de j dans k ;

D<sub>ik</sub> est caractéristique de j et de k, et dépend de la température et de la pression.

II.1.2. Transfert de matière en diffusion moléculaire :

La résolution d'un problème de diffusion implique la détermination des variations de la

concentration de l'espèce considérée en fonction du temps et des coordonnées spatiales.

23

Soit un volume V dans lequel la diffusion a lieu, délimité par une surface S, dont la normale n est dirigée vers l'extérieur.

La conservation de masse dans le volume considéré, appliquée pour une espèce j se déplaçant à la vitesse  $v_i$ se traduit comme suit :

(Quantité de j entrante dans V) – (Quantité de j sortante dans V)  $\pm$  (Quantité de j générée (ou consommée) dans V) = (Quantité de j accumulée dans V)

$$E - S \pm R = A \tag{II.2}$$

$$E - S = -\int_{S} \vec{n} * (C_{j} * \vec{v_{j}}) * dS$$
(II.3)

Cette intégrale de surface peut être transformée en une intégrale de volume en appliquant le théorème de Green-Ostrogradsky

$$E - S = -\int_{V} div(C_{j} * v_{j})dV$$
(II.4)

Le taux de production de l'espèce chimique par une réaction chimique à l'intérieur du volume V est donné comme suit :

$$R = \pm \int_{V} r_{j} dv \tag{II.5}$$

Il est positif lorsque la substance A est générée, et négative quand elle est consommé.

L'augmentation de la concentration de l'espèce j dans le volume considéré avec le temps, due à la diffusion et la réaction chimique s'écrit comme suit :

$$A = \int_{V} \frac{\partial C_{j}}{\partial t} dV \tag{II.6}$$

L'expression du bilan de matière devient :

$$-\int_{V} div(C_{j} * V_{j}) dV \pm \int_{V} r_{j} dV = \int_{V} \frac{\partial C_{j}}{\partial t} dV$$
(II.7)

$$-\operatorname{div}N_{j} \pm r_{j} = \frac{\partial C_{j}}{\partial t} \tag{II.8}$$

La densité du flux de transfert de l'espèce j est la somme de celle du flux de diffusion et du transport.

$$Nj = Jj + Tj$$

$$Nj = -D \operatorname{grad}(Cj) + Cj * v$$
(II.10)

Le milieu est considéré au repos, v = 0, dans le cas de diffusion d'une espèce dans un solide, le transfert par transport est négligeable.

L'équation (II.10) devient :

$$-div(-D\overrightarrow{grad}C_{j}) = \frac{\partial C_{j}}{\partial t} \pm r_{j}$$
(II.11)

En absence de réaction chimique :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \operatorname{div}(D \operatorname{grad} C). \tag{II.12}$$

Cette dernière équation est la deuxième loi de Fick[37]

• En coordonnées cartésiennes l'équation précédente s'écrit comme suit :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial C}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( D \frac{\partial C}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( D \frac{\partial C}{\partial z} \right). \tag{II.13}$$

• Diffusion dans un cylindre:

On considère un élément de volume cylindrique de dimensions dr ; rd $\Theta$  ; dz

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{1}{r} \left\{ \frac{\partial}{\partial r} \left( r D \frac{\partial C}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial \theta} \left( \frac{D}{r} \frac{\partial C}{\partial \theta} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( r D \frac{\partial C}{\partial z} \right) \right\}$$
(II.14)

• Diffusion dans une sphère :

On considère un élément de volume sphérique de dimensions dr ;  $rd\theta$  ;  $r\sin\theta d\Phi$ 

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{1}{r^2} \left\{ \frac{\partial}{\partial r} \left( Dr^2 \frac{\partial C}{\partial r} \right) + \frac{1}{\sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left( D \sin \theta \frac{\partial C}{\partial \theta} \right) + \frac{D}{\sin^2 \theta} \frac{\partial^2 C}{\partial \phi^2} \right\}$$
(II.15)

Si le coefficient de diffusion est supposé constant (ne varie ni en fonction du temps ni des coordonnées spatiales) durant toute la période diffusion, l'équation précédente devient :

$$\mathbf{D} \nabla C_j = \frac{\partial C_j}{\partial t} \tag{II.16}$$

Avec

$$\nabla C_j$$
 égal à :

$$\frac{\partial^2 C_j}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial C}{\partial r}$$
 pour une sphère,

$$\frac{\partial^2 C_j}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial C}{\partial r}$$
 pour un cylindre,

$$\frac{\partial^2 C_j}{\partial x^2}$$
 pour une plaque plane.

#### • Les solutions des différentes géométries :

Dans le cas d'une diffusion unidirectionnelle.

#### - Diffusion dans une sphère [38]

Dans le cas d'une diffusion selon le sens radial seulement avec un coefficient de diffusion constant, l'équation différentielle est de la forme suivante :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left( \frac{\partial^2 C}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial C}{\partial r} \right) \tag{II.16}$$

- **t** En régime transitoire :
- Concentration maintenue constante à la surface égale à C<sub>0</sub>;
- C = f(r): la distribution initial de la concentartion.

En posant :  $\mathbf{u} = \mathbf{C.r}$ , l'equation differentielle s'écrit :

$$\frac{\partial u}{\partial t} = D \frac{\partial^2 u}{\partial r^2}$$

(II.17)

Equation décrivant la diffusion linéaire unidirectionnelle (à travers une plaque plane).

Avec:

$$u = 0, r = 0, t > 0,$$
  
 $u = aC_0, r = a, t > 0,$   
 $u = rf(r), t = 0, 0 < r < a,$ 
(II.18)

Ou:

a est l'épaisseur de la plaque plane dont les concentrations du centre (r=0) et de la surface (r=a) sont maintenues constantes à 0 et  $aC_0$  réspectivement, et la distribution initiale de la concentration à travers son épaisseur est r.f( r ).

La solution de l'équation (II.17) est sous forme d'une série trigomométrique, donnée comme suit si :

• La sphère est initialement à une concentration uniforme : $C_1$ , et sa surface est maintenue à  $C_0$ 

$$\frac{C - C_1}{C_0 - C_1} = 1 + \frac{2a}{\pi r} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n} \sin \frac{n\pi r}{a} \exp\left(-Dn^2 \pi^2 t/a^2\right).$$
 (II.19)

Au centre  $(r \longrightarrow 0)$ :

$$\frac{C - C_1}{C_0 - C_1} = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-Dn^2 \pi^2 t/a^2).$$
(II.20)

#### - Diffusion à travers une plaque plane[38]:

Si la concentration initiale est uniforme( $C_0$ ) dans la région intermediare, et les deux extremités : x=0 et x=1, sont maintenues à des concentrations constantes mais differentes $C_1$  et  $C_2$  respectivement, la concentration évolue selon l'equation suivante :

$$C = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{x}{l} + \frac{2}{\pi} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{C_2 \cos n\pi - C_1}{n} \sin \frac{n\pi x}{l} \exp(-Dn^2\pi^2 t/l^2) + \frac{4C_0}{\pi} \sum_{m=0}^{\infty} \frac{1}{2m+1} \sin \frac{(2m+1)\pi x}{l} \exp\{-D(2m+1)^2\pi^2 t/l^2\}.$$
(II.21)

#### - Diffusion à travers un cylindre[38]:

Considérons un long cylindre de rayon a, dont la concentration surfacique est constante( $C_0$ ), et la distribution initial est représentée par la fonction f(r), ou la diffusion se fait selon le sens radial seulement:

$$C = C_0,$$
  $r = a,$   $t \ge 0,$   
 $C = f(r),$   $0 < r < a,$   $t = 0,$ 

L'equation décrivant l'évolution de la concentration est de la forme suivante :

$$C = C_0 \left\{ 1 - \frac{2}{a} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{\alpha_n} \frac{J_0(r\alpha_n)}{J_1(a\alpha_n)} \exp\left(-D\alpha_n^2 t\right) \right\}$$

$$+ \frac{2}{a^2} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-D\alpha_n^2 t\right) \frac{J_0(r\alpha_n)}{J_1^2(a\alpha_n)} \int r f(r) J_0(r\alpha_n) dr,$$
(II.22)

#### II.1.3. Théorie de transfert de matière entre phases

Nous avons plusieurs modèles : [39]

 Modèle du double film: Ce modèle admet l'existence d'une couche de faible épaisseur en écoulement laminaire au voisinage de l'interface au niveau de chacune des phases. Les forces interfaciales sont en effet suffisantes pour provoquer l'amortissement de la turbulence.

- Modèle de la pénétration (Higbie 1935): Etant donné deux phases fluides en écoulement turbulent, ce modèle suppose que la surface de séparation est tapissée d'éléments de fluide qui ont tous la même durée de séjour au niveau de l'interface. A tour de rôle, les éléments de fluide, jouant le rôle d'accumulateur de matière, viennent séjourner à la surface de séparation pendant un temps très court durant lequel s'effectue le transfert, si bien que le régime permanent n'a pas le temps de s'établir.
- Modèle du renouvellement de l'interface (modèle de Danckwerts) : C'est une amélioration de la théorie de pénétration qui admet des temps de séjour différents des éléments fluides au niveau de la surface de séparation.
- Modèle de Torr et Marchello: C'est une combinaison entre le modèle du film et le modèle du renouvellement de la surface. En effet, ces auteurs admettent que le modèle du renouvellement de la surface s'applique aux jeunes éléments fluides alors que les éléments âgés vont obéir au modèle du film vu que le régime permanent a le temps de s'établir.

#### II.2. Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles :

#### II.2.1.Modèle de Sovova et al:

Sovova et ses collaborateurs [40] ont développé un modèle basé sur l'hypothèse qu'une fraction de l'huile essentielle se trouve dans des cellules cassées facilement accessibles, c'est donc la fraction facilement extractible, alors que l'autre fraction est localisée dans des cellules internes intactes, difficilement accessibles.

#### • Hypothèses du modèle :

- Initialement la fraction  $\mathbf{e}$  de l'huile essentielle se trouve dans des cellules externes à parois cassées, tandis que l'autre fraction  $(\mathbf{1} \mathbf{e})$  est présente dans des cellules internes à parois intactes, difficilement accessibles ;
- Les cellules sécrétrices ont toutes la même forme, taille, et contenu initial en huile ;
- La résistance au transfert de matière est supposée négligeable dans les cellules à parois cassées, l'eau bouillante et la vapeur

$$x_{v} = k_{v} x_{w} = k_{v} k_{w} x_{b} \tag{II.23}$$

 $\mathbf{x}_{\mathbf{v}}$ : la concentration massique de l'huile dans la phase vapeur (masse d'huile/masse de vapeur).

 $\mathbf{x}_{\mathbf{w}}$ : la concentration massique de l'huile dans l'eau bouillante (masse d'huile/masse d'eau).

 $\mathbf{x}_{b}$  : la concentration massique de l'huile dans les cellules cassées (masse d'huile/masse du végétal).

 $\mathbf{x}_{\mathrm{s}}$  : la concentration massique en composés hydrosolubles dans le flux de cohobage.

 $\mathbf{k}_{\mathbf{w}}$ : le coefficient de partage du soluté entre l'huile superficielle des cellules cassées et le liquide.

 $\mathbf{k}_{\mathbf{v}}$ : le coefficient de partage vapeur-liquide.

La concentration initiale en huile essentielle dans les cellules intactes est égale à la concentration de l'huile dans les cellules non traitées.

$$x_i(t=0) = x_u \tag{II.24}$$

Le rendement en huile essentielle s'écrit comme suit :

$$q(t) = \frac{Q}{N} \int_{0}^{t} (x_{v} - x_{s}) dt$$
(II.25)

Ce rendement, fonction de deux constantes de temps, est donné par l'expression suivante :

$$q = q_0 \left[ 1 - f' \exp\left(-\frac{t}{T_1}\right) - \left(1 - f'\right) \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right) \right]$$
(II.26)

#### II.2.2.Modèle de Benyoussef et al :

Benyoussef et ses collaborateurs [41] ont proposé un modèle traitant l'extraction de l'huile essentielle des graines coriandre par hydrodistillation. Le transfert de matière se fait avec réaction chimique. Comme dans le cas de l'équation proposée par Sovovà et al, il y'aura deux termes dans l'équation du modèle avec deux constantes cinétiques. Le modèle est formulé comme un système d'équations aux dérivées partielles.

#### • Hypothèses du modèle :

Afin de décrire le processus de transfert de matière, ces auteurs ont utilisé plusieurs hypothèses simplificatrices :

- L'entraînement des constituants volatils, d'un substrat végétal, par la vapeur d'eau est un processus de transfert entre les particules solides et la phase fluide.
- Dans le cas de l'hydrodistillation, on considère que le système se comporte comme un lit fluidisé (les particules solides ne se touchent pas et sont en suspension dans le liquide) à trois phases (solide, liquide et vapeur). On pourra ainsi supposer que les phases liquides et solides sont parfaitement mélangées, alors que la phase gazeuse pourra être supposée en écoulement piston.
- Les particules solides sont assimilées à des formes géométriques simples de distance radiale caractéristique **R**.
- Puisque les propriétés moyennes de l'huile essentielle varient peu, celle-ci sera considérée comme un soluté unique ayant des propriétés physiques et diffusionnelles moyennes. Ce qui revient à dire que le soluté est considéré comme ayant la même propriété diffusionnelle, bien qu'il soit en réalité composé d'une grande variété de constituants.
- La répartition initiale du soluté est considérée comme étant homogène.
- En prenant en considération la symétrie du problème, les concentrations du soluté à l'état libre et lié,  $\mathbf{X_l}$  et  $\mathbf{X_f}$  respectivement ne dépendent que de la variable spatiale (r) et du temps (t).
- Pour tenir compte de l'accessibilité de plus en plus difficile du soluté au cours de l'avancement de l'opération d'extraction, un coefficient dépendant de la

concentration résiduelle en soluté considéré en se basant sur les travaux introduit par A.Lalou et al. [42], sous la forme:

$$\mathbf{D} = \mathbf{D_0.X_f}^{\delta} \tag{II.27}$$

La diffusion du solvant est négligeable devant les autres étapes du processus et la vitesse  $\mathbf{V}_{\mathbf{C}}$  de libération du soluté est décrite par l'équation suivante:

$$\mathbf{V}_{\mathbf{C}} = \mathbf{k}_{\mathbf{c}} \mathbf{X}_{\mathbf{f}} \tag{II.28}$$

Où:

 $\mathbf{k_c}$  représente la pseudo-constante de vitesse.

- A l'interface, il y a évaporation du soluté, de ce fait l'équilibre liquide-vapeur est atteint quasi instantanément et l'on pourra écrire sous la forme :

$$\mathbf{g}(\mathbf{t}) = \mathbf{P} \, \mathbf{X}_{\mathbf{l}} \tag{II.29}$$

Où:

**g** (t) désigne la masse relative de soluté dans la phase vapeur et P un coefficient de partage.

Ce modèle relativement complexe comporte quatre paramètres, la constante de la cinétique de libération de l'huile essentielle  $\mathbf{k}_c$ , le coefficient de diffusion à l'instant initial  $\mathbf{D}_0$ , le paramètre  $\sigma$  pour décrire l'évolution du coefficient au cours l'extraction et le coefficient de partage  $\mathbf{P}$ .

#### II.2.3. Corrélation de Babu et al

Babu et ses collaborateurs [43] ont examiné les cinétiques d'extraction de l'huile essentielle des feuilles d'Eucalyptus cinérea par hydrodistillation et trouvé qu'elles correspondent bien à une fonction de la même forme que celle de l'isotherme d'adsorption de Langmuir.

Ils ont supposé que :

- Pour de longues périodes d'extraction, le rendement en huile essentielle reste constant ;
- L'augmentation du rendement en huile essentielle est linéaire pendant les premiers moments de l'extraction

$$y = \frac{Yt}{b+t} \tag{II.30}$$

Avec:

y: le rendement en huile essentielle à l'instant t de l'hydrodistillation;

Y: le rendement après un temps d'extraction infini;

**b** : paramètre du modèle.

La forme linéaire de l'équation précédente peut être utilisée pour évaluer les paramètres (Y, b) du modèles en traçant l'inverse du rendement en fonction de l'inverse du temps :

$$\frac{1}{y} = \frac{b}{Y}\frac{1}{t} + \frac{1}{Y} \tag{II.31}$$

#### II.2.4. Modèle de Milojevic et al :

Milojević et ses collaborateurs [44] ont proposé un modèle décrivant les cinétiques de d'extraction de l'huile des baies de genévrier.

En absence de réaction chimique, le processus de transfert de matière peut être décrit par la seconde loi de Fick comme suit:

$$\partial \mathbf{q}_{\mathbf{p}} / \partial \mathbf{t} = \mathbf{D}_{\text{eff}} \partial^2 \mathbf{q}_{\mathbf{p}} / \partial \mathbf{x}^2$$
(II.32)

Où

 ${f q}_p$  : étant la concentration moyenne de l'huile essentielle dans les particules végétales à un temps t,

x : la distance le long de la direction de diffusion,

 $\mathbf{D}_{\mathbf{eff}}$ : le coefficient de diffusion effectif.

#### • Les hypothèses du modèle :

Des hypothèses simplificatrices ont été émises pour permettre la résolution de l'équation précédente : [44]

- Les particules végétales sont isotropes, de même taille et forme et contiennent la même quantité d'huile essentielle initialement ;
- L'huile essentielle est considérée comme étant un pseudo composé ;
- Une partie de l'huile essentielle est localisée sur la surface externe des baies cassées et le reste est uniformément distribué dans les particules végétales ;
- Le coefficient de diffusion effectif est constant ;
- La concentration de l'huile essentielle présente sur la surface des baies est nulle en tout moment du processus de distillation à cause de son lavage instantané de la surface;
- Absence de résistance au transfert de matière depuis les surfaces externes des particules végétales.

L'intégration de l'équation précédente, en prenant en compte les conditions aux limites donne l'expression suivante :

$$(qo-q)/qo=(1-b')\cdot exp(-kt)$$

Où:

q: le rendement en huile à un temps;

 ${\bf q0}$  : la concentration initiale moyenne de l'huile essentielle présente dans les baies ;

k : constante cinétique comprenant le coefficient de diffusion effectif.

#### II.2.5. Avantages et inconvénients de chaque modèle :

Modèle	Avantages Inconvénients			
Milojević et al	Ce modèle est un modèle	Milojovic et al. ont considéré		
	simple du premier ordre	qu'il est possible d'épuiser		
	basé sur la distinction entre	totalement l'huile essentielle		
	l'huile essentielle facilement	contenue dans la matière végétale		
	et difficilement extractible.	sans aucune limitation par		
		l'établissement d'équilibres de		
		concentration entre les phase		
		solide, liquide et vapeur.		
Kiran et al	Les paramètres de ce	Il s'agit d'un modèle empirique		
	modèle peuvent être utilisés	qui n'est pas développé en		
	pour simuler d'une manière	intégrant les équations		
	simple et facile les	différentielles des bilans de		
	cinétiques d'extraction	transfert de matière, de ce fait ses		
		paramètres n'ont pas de		
		signification physique.		
Benyoussef et al	Considération de deux	Utilisation non aisée et nécessité		
	étapes cinétiques. Variation du développement			

Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

	du coefficient de diffusion	programme de calcul pour la		
	avec la concentration	détermination des paramètres du		
	modèle.			
Sovova et al	Différentiation entre l'huile	Modèle représentant la diffusion à		
	superficielle facilement	travers un solide pendant une		
	extractible et l'huile interne	période longue, néanmoins durant		
	difficilement accessible.	les premiers temps (courts) c'est		
		l'équilibre entre phase qui		
		prédomine, donc la cinétique		
		globale est fonction des deux		
		phénomènes précédents.		

#### **Conclusion:**

Des approches différentes reposant toutes sur un ensemble d'hypothèses permettant de simplifier la grande complexité des problèmes liés au transfert de matière étaient à la base du développement d'un nombre de modèles décrivant le processus d'extraction des huiles essentielles.

# Chapitre III : Audit énergétique

Face à des défis énergétiques et environnementaux croissants, une gestion de l'énergie, dont l'objectif fondamental est de produire des biens et des services à moindre coût et avec un minimum d'impact sur l'environnement, est de nos jours de plus en plus sollicitée. En effet le cout de l'énergie est l'une des composantes du coût des produits/services, que l'expérience a montré qu'il peut être comprimé sans incidence sur la qualité, en adoptant, après une analyse de l'impact environnemental et sociétale du mode de consommation énergétique, les choix des procédés, équipements, et modèles de consommation énergétique, les mieux appropriés.

#### Chapitre III : Audit énergétique

#### III.1.Gestion de l'énergie dans l'industrie : [45]

L'une des définitions de la gestion de l'énergie est la suivante:

« L'utilisation judicieuse et efficace de l'énergie pour maximiser les profits (minimiser coûts) et améliorerla position concurrentielle »

Une autre définition de la maitrise d'énergie qui est plus globale est la suivante :

« La stratégie d'adaptation et d'optimisation énergétique, l'utilisation des systèmes et des procédures afin de réduire les besoins d'énergie par unité de production tout en maintenant constant ou en réduisant les coûts totaux de production de la sortie de ces systèmes »

L'objectif de la gestion de l'énergie est de maintenir l'approvisionnement en énergie, atteindre une utilisation optimale, minimiser les coûts d'énergie et les effets sur l'environnement.

#### III.2.Moyens d'économie d'énergie :[45]

- Changement des processus de production par intégration des innovations technologiques, ou l'amélioration de la conduite des processus conventionnels en vue de réduire la consommation énergétique.
- La mise en place d'un système de récupération de l'énergie, sous différentes formes :
- Récupération de la chaleur : par des échangeurs de chaleurs, pompes à chaleur, bruleurs auto-récupérateurs,...;
- Recyclage des déchets ;
- Intégration énergétique: par production combinée de la chaleur ou de l'électricité: cogénération, par exemple, ou la récupération des pertes à la cheminée pour la production de chaleur,...
- Réduction des pertes de chaleurs :
- Au niveau de la production de chaleur : par utilisation des équipements de grande performance les mieux adaptés ;

#### Chapitre III: Audit énergétique

- Au niveau du transfert de chaleur vers la matière à chauffer : utilisation de géométrie et technique adéquates.
- Au niveau de distribution de chaleur : choix adéquats des fluides caloporteurs, optimisation de l'isolation thermique, design du réseau de distribution adapté,...

#### III.3.Définition de l'audit énergétique : [46]

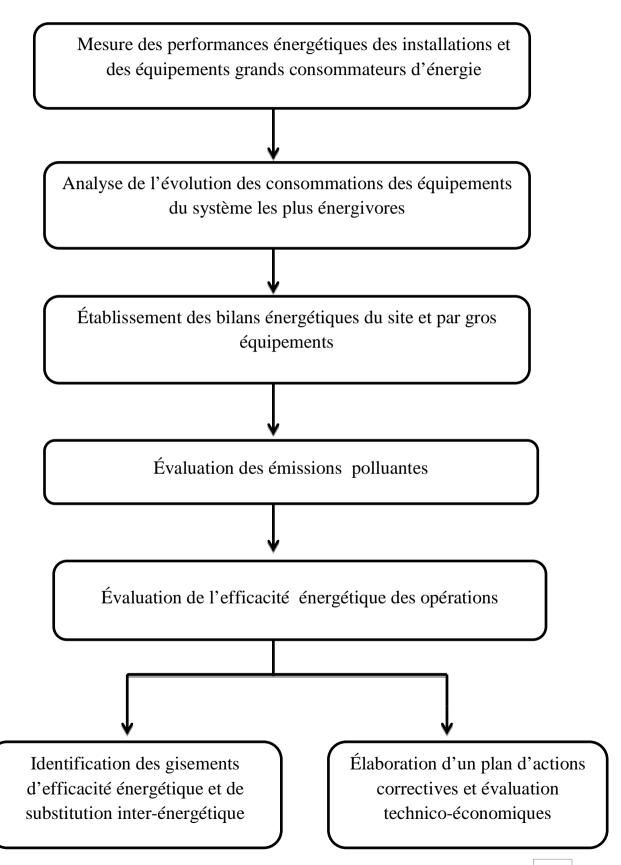
C'est un élément d'un programme d'efficacité énergétique, il consiste à réaliser un examen critique de la consommation énergétique dans une entreprise dans le but de parvenir à une utilisation rationnelle de l'énergie.

On peut le définir comme étant une procédure de description et d'analyse du fonctionnement d'un système énergétique, permettant de faire une synthèse et porter un jugement sur la situation énergétique passée et présente.

#### III.4.Objectifs de l'Audit Energétique : [46]

- Réaliser des économies par la réduction de la consommation d'énergie.
- Augmenter les performances des procédés étudiés.
- Analyser les flux énergétiques pour mieux les contrôler.
- Identifier les économies potentielles d'électricité, de gaz naturel, de fuel, de vapeur et d'air comprimé mais aussi d'eau.
- Améliorer la transparence des données énergétiques de l'entreprise.
- Trouver un compromis entre la dimension écologique et l'optimum économique.

#### III.5.Organigramme de l'audit énergétique :[46]



#### Chapitre III : Audit énergétique

#### III.6. Estimation du cout de production des huiles essentielles :

La production des huiles essentielles est une activité de transformation des matières végétales, dont le cout est fonction des composantes suivantes : [47]

- Le cout de l'investissement initial : comportant le cout des infrastructures, équipements et matériel.
- Le cout de la matière première : afin de l'estimer correctement, on doit prendre en compte : le prix d'achat et les divers frais d'emballage et de transport, si la matière végétale est achetée directement, sinon les différents frais de plantation, de récolte et l'entretien du sol et du matériel utilisé.
- Le cout d'amortissement du matérielutilisé dans le cycle de la production : pour l'estimer on prend en compte deux éléments essentiels: la valeur du matériel et sa durée de vie,
- 1. La valeur du matériel: donnée par le prix d'achat ;
- 2. La durée de vie du matériel dépend de la façon dont il est utilisé et entretenu.

Pour calculer le montant à incorporer au coût de production au titre d'amortissement du matériel, on divise la valeur du matériel par la durée de vie (le nombre d'années), ensuite on divise le résultat obtenu par le nombre de fois que l'opération de transformation a lieu dans l'année.

- Salaires et frais liés aux ressources humaines: Il s'agit ici d'évaluer les salaires à payer aux personnes assurant la production et la gestion.
- Le coût des utilités pour l'extraction : celui de l'énergie nécessaire au fonctionnement des différents équipements, ainsi que celle dépensée pour distiller l'huile essentielle à partir de la matière végétale, additionné aux couts des autres ressources utilisées dans le procédé d'extraction, comme l'eau.

Ce cout peut atteindre **32**%, sous certaines conditions opératoires, du cout de production d'après une étude [48] portant sur l'estimation de ce dernier dans le cas de l'entrainement à la vapeur d'eau de l'huile du thym en utilisant la méthodologie décrite par Rosa et Meireles [49], basée sur l'expression proposée par Turton et al [50], qui

#### Chapitre III : Audit énergétique

définit le cout de production comme une somme pondérée des cinq principaux coûts: coût fixe d'investissement, coût de la main-d'œuvre, coût des services (utilities), coût du traitement des déchets, et le coût des matières premières. L'expression proposée par Turton et al [50] est donnée par l'équation suivante :

Cout de production = 0,304.Cout fixe de l'investissement + 2,37.Cout de la main d'œuvre + 1,23. (Cout des services + cout de la matière première + cout du traitement des déchets).

Enfin, pour calculer le prix auquel il faut vendre les produits finis, on prend en compte les éléments suivants:

- le coût de production;
- les frais de stockage, d'emballage et de transport du produit sur le marché ;
- la marge bénéficiaire ou le bénéfice que l'on veut avoir en vendant le produit sur le marché.

#### **Conclusion:**

L'audit énergétique constitue un repère pour la gestion de l'énergie dans l'industrie et sert également de base pour la planification d'une utilisation plus efficace de l'énergie, en identifiant les possibilités d'économie de cette dernière.

L'extraction par les variantes de la distillation à la vapeur d'eau est approuvée comme efficace pour l'obtention d'un grand nombre d'huiles essentielles, principalement en raison de la facilité de sa mise en œuvre et des rendements relativement élevés, néanmoins, elle implique une consommation énergétique considérable pour générer la vapeur d'eau.

Afin de rationaliser cette consommation énergétique une démarche de modélisation permettant de dévoiler les tendances de son évolution au cours du processus de l'extraction est indispensable.

Dans ce chapitre, nous présenterons la démarche adoptée en vue de la modélisation et l'optimisation de la consommation énergétique lors de l'extraction par hydrodistillation de l'huile d'arbousier et de genévrier.

#### IV.1. Présentation du matériel végétal :

#### IV.1.1.L'arbousier:

Arbrisseau de 1 à 3 mètres, à tige dressée, à jeunes rameaux rouges, rudes et poilus ; feuilles persistantes, grandes, ovales-lancéolées, dentées en scie, pétiolées, coriaces, glabres et luisantes ; fleurs blanchâtres, vertes au sommet, en grappes rameuses courtes et larges ; corolle à dents courtes ; filets des étamines velus à la base ; baies grosses, globuleuses, pendantes, hérissées de tubercules pyramidaux, à la fin rouges, à loges contenant chacune 4-5 graines [51]



Figure IV.1: Planche botanique d'ArbutusunedoL [51]

Espèce: ArbutusunedoL.

Famille : Ericaceae

**Genre**: Arbutus

L'arbousier est une plante mellifère. Il produit un miel à saveur très caractéristique, très forte et épicée. Il est utilisé dans certaines pâtisseries et confiseries. On le trouve également dans des vinaigres aromatiques. Il est antiseptique et diurétique [52].

#### IV.1.2.Le genévrier commun:

Le genévrier commun est une espèce d'arbuste à cônes bleu violacé ressemblant à des baies (cône bacciformes), et aux feuilles épineuses. La taille de cet arbuste ou arbrisseau peut varier de 4 à 10 mètres de hauteur. Les feuilles sont des aiguilles persistantes, très piquantes, qui présentent une carène sur la face supérieure [53].



Figure IV.2 : planche botanique de genévrier commun [54]

Famille: Cupressaceae

Genre: Juneperus

**Espèce**: Juniperuscommunis

Les baies de genévrier commun parfument les pâtés, et entrent dans la recette de certains plats de gibier ou viandes grasses, notamment en raison de leurs propriétés digestives. D'autre part, ces dernières, préparées en infusion, ont des effets diurétiques, stomachiques et digestifs [53].

#### IV.2. Cinétiques d'extraction :

#### IV.2.1.Cinétiques d'extraction de l'arbousier : [55]

L'hydrodistillation de l'arbousier a été menée dans un montage de laboratoire de type Clevenger sans système de cohobage. Il est composé de trois parties principales [56] :

- Le réacteur (extracteur), un ballon dans lequel on introduit la matière et l'eau,
- Le réfrigérant (condenseur) dans lequel se condensent les vapeurs,
- Le vase florentin ou essencier où vont se séparer la phase organique et la phase aqueuse.

Le protocole expérimental utilisé pour l'extraction des huiles essentielles, a été mis en place après plusieurs expériences préliminaires. Les paramètres modifiés au fil des expériences correspondent à la charge de la matière végétale traitée, à la durée de l'hydrodistillation ainsi qu'au débit de vapeur. L'hydrodistillation a été conduite à pression atmosphérique. La production de vapeur d'eau a été assurée par un chauffeballon électrique d'une puissance nominale de 500W.

La matière végétale (100g), baignant dans 1200 ml d'eau bouillante, est disposée dans un ballon à deux cols, d'une capacité de 2 litres, relié à un réfrigérant. La vapeur d'eau produite entraîne les constituants volatils qui, après condensation dans le réfrigérant, sont recueillis dans le récipient de recette. L'huile est ensuite séparée du distillat par extraction liquide-liquide au moyen de l'éther diéthylique.

Afin de disposer d'informations cinétiques sur le procédé d'hydrodistillation, R.Bessah [55] a suivi l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'extraction par prélèvement du distillat à différents temps d'extraction.

Le rendement (q) en huile est déterminé par le rapport de la masse d'huile essentielle extraite (m) sur la masse totale de la matière végétale sèche  $(M_V)$ .

$$q(t) = (m/M_V) \times 100(\%)$$

(IV.1)

La cinétique d'extraction de l'huile essentielle des feuilles de l'arbousier a été suivie pour différentes puissances et le rendement en huile essentielle a été déterminé. Les résultats obtenus sont illustrés sur la figure ci-dessous.

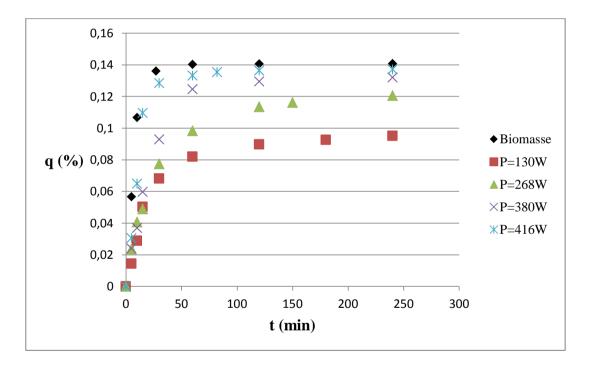


Figure IV.3: Cinétiques d'extraction de l'huile d'arbousier

D'après la figure IV.3, nous remarquons que l'utilisation d'un bruleur à biomasse permet d'atteindre des cinétiques plus rapides qu'avec le système électrique.

Nous remarquons aussi que le rendement augmente de la même manière pour chaque puissance tel qu'il existe deux parties : une première qui évolue rapidement et une

deuxième à partir de 30 minutes qui augmente lentement jusqu'à atteindre un palier ou il n y'a plus une augmentation de la quantité d'huile dans le distillat, ce qui indique la fin du processus de l'extraction.

A partir de ces résultats, nous constatons que la cinétique d'extraction est plus rapide à son début car elle concerne les huiles essentielles facilement accessibles contenues dans les couches superficielles. En effet, la structure anatomique des feuilles d'arbousier révèle que les produits terpéniques sont localisés directement dans les cellules épidermiques [57–58]. Les terpènes produits par la plante sont directement émis à l'extérieur de la cellule sécrétrice (cellules sécrétrices exogènes) et se retrouvent dans le suc cellulaire [59].

#### IV.2.Cinétiques d'extraction du genévrier: [44]

Les baies de genévrier commun ont été bien découpées avant l'hydrodistillation.

Les rapports des baies à l'eau ont été de 1:3 et 1:10 (p / p). Le premier ratio est fréquemment appliqué dans la production industrielle d'huile essentielle de baies du genévrier, tandis que le second rapport est recommandé par les pharmacopées officielles pour déterminer les huiles essentielles aromatiques dans les médicaments [60]. Milojovic et al [44] ont mis les baies (1000 g) dans un mélangeur ou l'eau distillée a été ajoutée, le mélange (matière végétale + eau) était chauffé par un chauffe-ballon avec une puissance variable (jusqu'à 700 W).

Le taux d'hydrodistillation a été modifié en faisant varier la puissance d'entrée, qui a été mesurée par un Wattmètre (Iskra, Slovénie). Le processus d'hydrodistillation a été réalisé sous quatre puissances de chauffe : 150, 340, 580 et 700 W.

Les résultats expérimentaux trouvés sont représentés sur la figure ci-dessous :

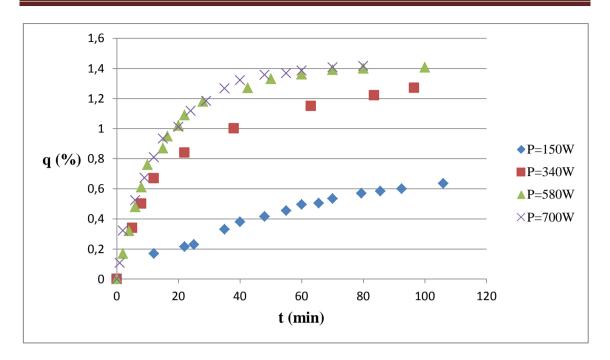


Figure IV.4: Cinétiques d'extraction de l'huile de genévrier.

Tout comme l'arbousier, nous remarquons que le rendement en huile de genévrier évolue de la même manière pour chaque puissance tel qu'il existe deux parties : une première qui évolue rapidement et une deuxième à partir de 30 minutes qui augmente lentement jusqu'à atteindre un palier ou il n y'a plus une augmentation de la quantité d'huile dans le distillat, ce qui indique la fin du processus de l'extraction.

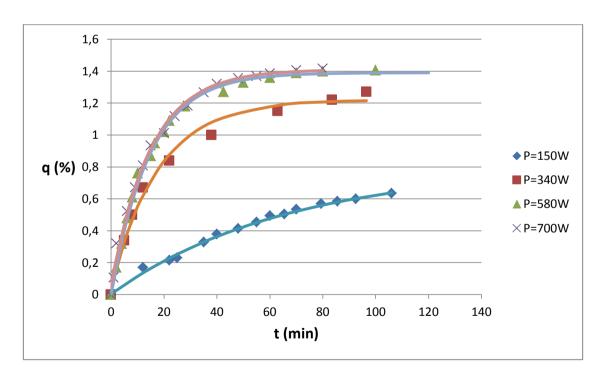
#### IV.3. Simulation des cinétiques d'extraction :

Pour la modélisation des cinétiques d'extraction, deux modèles ont été utilisés : un modèle de 1<sup>èr</sup> ordre (modèle de Milojevic) et un autre à deux constantes de temps (modèle de Sovova), et cela pour les deux plantes considérées (genévrier et l'arbousier).

Les équations des deux modèles, ainsi que les résultats de la simulation à l'aide du Matlab sont donnés dans ce qui suit :

**Tableau IV.1 :** Paramètres du modèle de 1<sup>er</sup> ordre, trouvés par la simulation à l'aide du Matlab, pour l'huile de genévrier :

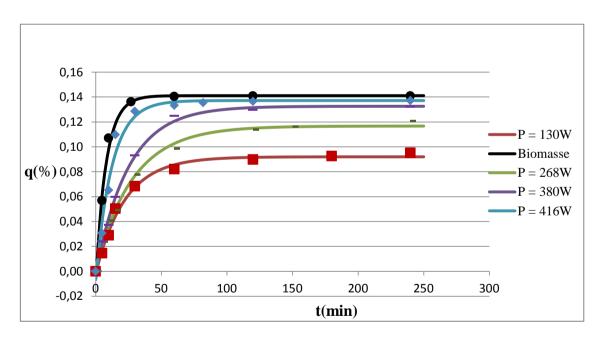
Puissance (W)	$q_{\infty}$	В	k	R <sup>2</sup>
150	0.80	0.995	0.015	0.9946
340	1.22	0.966	0.056	0.9884
580	1.39	0.998	0.068	0.9972
700	1.41	0.959	0.067	0.9949



**Figure IV.5:** Cinétiques d'extraction de l'huile de genévrier simulées avec le modèle du 1<sup>èr</sup> ordre.

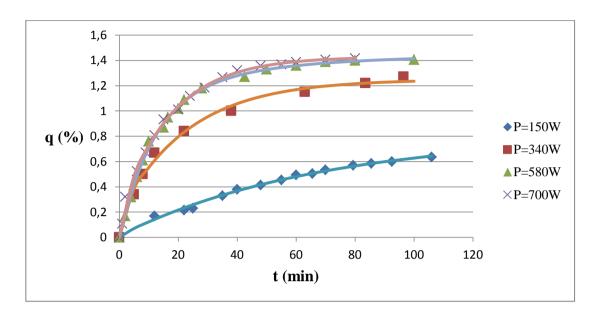
**Tableau IV.2 :** Paramètres du modèle de 1<sup>er</sup> ordre, trouvés par la simulation à l'aide du Matlab, pour l'huile d'arbousier :

	$q_{\infty}$	В	k	R <sup>2</sup>
Biomasse	0,1411	1,014	0,1241	0,993
P=130W	0,0919	1,017	0,0447	0.991
P = 268W	0,1167	0,968	0,0348	0.995
P = 380W	0,1326	1,011	0,0402	0.996
P = 416 W	0,1372	1,049	0,0808	0.974

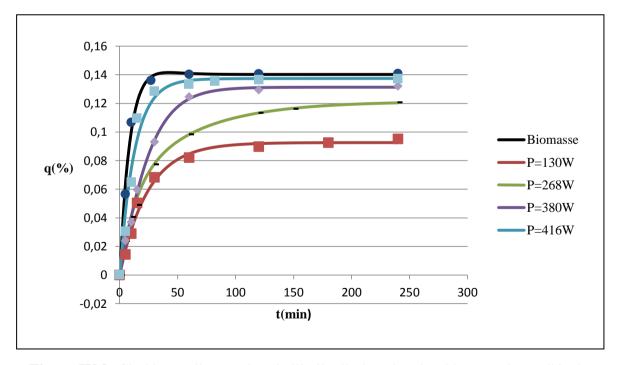


**Figure IV.6:** Cinétiques d'extraction de l'huile d'arbousier simulées avec le modèle du 1<sup>èr</sup> ordre.

• Modèle de Sovova :  $q(t) = q_{\infty}(1 - f.exp(-t/T_1) - (1-f).exp(-t/T_2))$  (IV.3)



**Figure IV.7:** Cinétiques d'extraction de l'huile de genévrier simulées avec le modèle de Sovova.



**Figure IV.8:** Cinétiques d'extraction de l'huile d'arbousier simulées avec le modèle de Sovova

Nous constatons que les deux modèles simulent bien les points expérimentaux des cinétiques d'extraction dans les deux cas étudiés.

#### IV.4. Simulation des vitesses d'extraction:

La vitesse d'extraction représente la quantité d'huile essentielle par une quantité donnée de matière végétale recueillie par unité de temps, elle est donnée par la formule suivante :

$$\mathbf{v} = \mathbf{dq}/\mathbf{dt} \tag{IV.4}$$

• Simulation avec le modèle de Milojevic (Modèle de premier ordre) :

q(t) est donné par l'expression suivante :

$$q(t) = \mathbf{q}_{\infty}(1 - B.\exp(-k.t)), \qquad (IV.5)$$

On obtient:

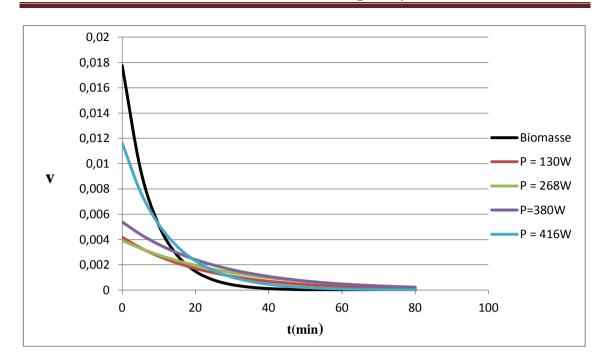
$$\mathbf{v}(\mathbf{t}) = \mathbf{q}_{\infty} \cdot \mathbf{B} \cdot \mathbf{k} \cdot \exp(-\mathbf{k} \cdot \mathbf{t})$$
 (IV.6)

• Simulation avec le modèle de Sovova (modèle à deux constantes de temps) :

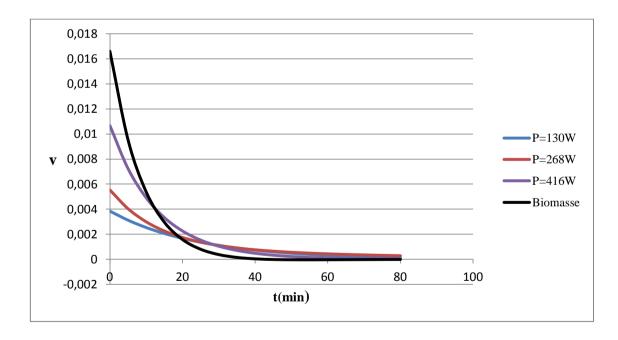
q(t) est donné par l'expression suivante :

$$q(t) = \mathbf{q}_{\infty}(1 - f.\exp(-t/T_1) - (1-f).\exp(-t/T_2)),$$
(IV.7)

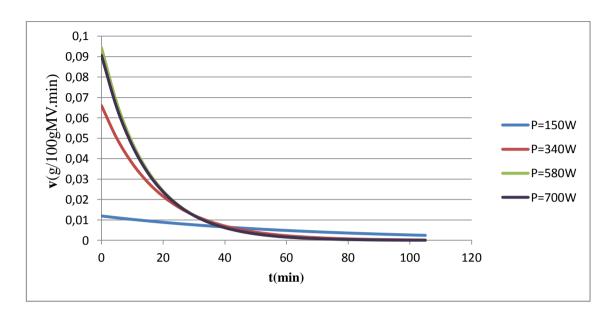
D'où : 
$$\mathbf{v}(t) = \mathbf{q}_{\infty}((\mathbf{f}/\mathbf{T}_1).\mathbf{exp}(-\mathbf{t}/\mathbf{T}_1) + ((\mathbf{1}-\mathbf{f})/\mathbf{T}_2).\mathbf{exp}(-\mathbf{t}/\mathbf{T}_2))$$
 (IV.8)



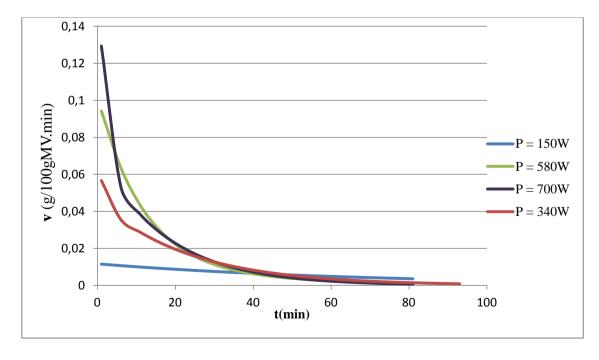
**Figure IV.9** : L'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle d'arbousier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe, simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre.



**Figure IV.10 :** l'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle d'arbousier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe, simulée par le modèle de Sovova.



**Figure IV.11** : L'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle de genévrier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe, simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre.



**Figure IV.12** : L'évolution de la vitesse d'extraction de l'huile essentielle de genévrier en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffage, simulée par le modèle de Sovova.

Les figures IV.9 , IV.10 et IV.11, IV.12 représentent les résultats simulés, avec les deux

modèles, de l'évolution de la vitesse d'extraction, de l'huile d'arbousier et de genévrier

respectivement, en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe. Les

allures des courbes pour les deux plantes, montrent clairement que plus la puissance de

chauffe est importante, plus la vitesse au début de l'extraction est grande, ceci peut être

expliqué par le fait que l'élévation de la puissance de chauffe permet une augmentation

rapide de la température de l'eau en contact avec la matière végétale, ce qui favorise

l'éclatement des cellules superficielles et la diffusion de l'huile à travers la matrice

solide d'un côté, et l'entrainement des constituants les plus volatils d'un autre côté.

Dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier, la vitesse la plus importante au début

du processus est rencontrée quand le chauffage est assuré par la combustion de la

biomasse.

Ces figures indiquent aussi que la vitesse d'extraction diminue jusqu'à s'annuler, après,

environ, une demi-heure et une heure du début de l'extraction de l'huile d'arbousier et

de genévrier respectivement, ce qui traduit la difficulté croissante à faire diffuser et

distiller l'huile essentielle, surtout après l'épuisement d'une certaine fraction qui est

fonction de la structure sécrétrice de la plante.

IV.5. Modélisation énergétique:

Cette partie est consacrée à l'étude de l'évolution de la consommation énergétique

durant le processus d'extraction de l'huile essentielle à partir des deux plantes.

Le développement mathématique suivant permet d'exprimer la consommation

énergétique en quantité d'énergie par gramme d'huile essentielle extraite :

On a:

$$P = E/t (IV.9)$$

et v = dq/dt; v est exprimée en gHE/t

D'où:  $\mathbf{P/v} = (\mathbf{E/t}) / (\mathbf{gHE/t}) = \mathbf{E/gHE}$  (IV.10)

57

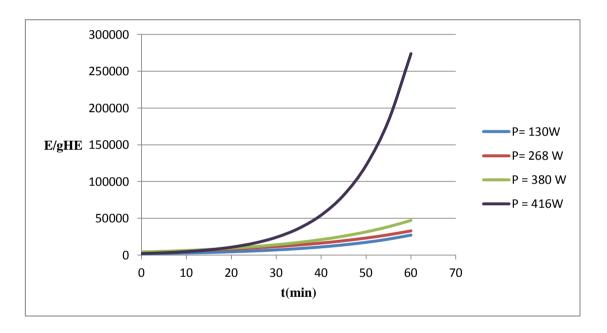
Donc l'expression de la quantité d'énergie consommée par gramme d'huile extraite est donnée comme suit :

• Dans le cas de simulation avec le modèle de Milojevic :

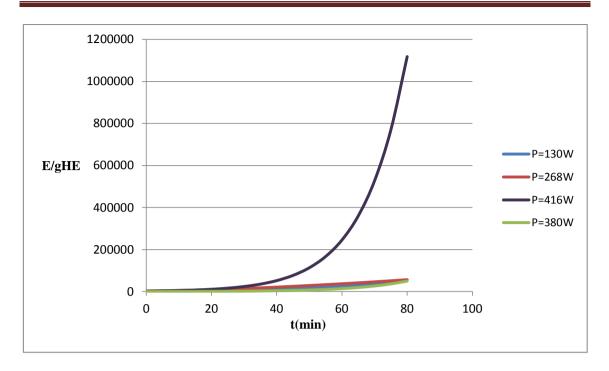
E/gHE (t) = 
$$P / q_{\infty}$$
 .B .k .exp(-k.t) (IV.11)

• Dans le cas de simulation avec le modèle de Sovova :

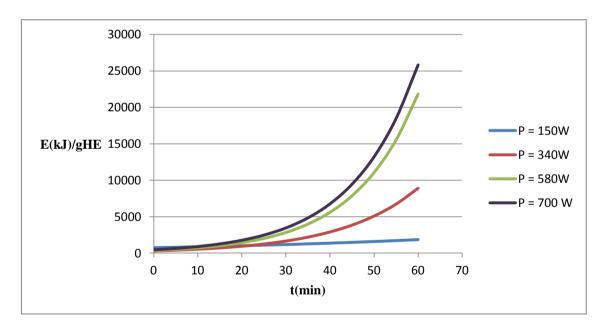
E/gHE (t) = P / 
$$q_{\infty}$$
 ((f/T<sub>1</sub>).exp(-t/T<sub>1</sub>) + ((1-f)/T<sub>2</sub>).exp(-t/T<sub>2</sub>))  
(IV.12)



**Figure IV.13**: L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile essentielle d'arbousier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre.

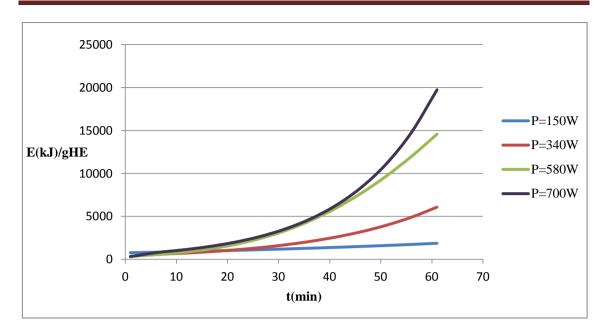


**Figure IV.14** : L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile essentielle d'arbousier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova.



**Figure IV.15** : L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile essentielle de genévrier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre.

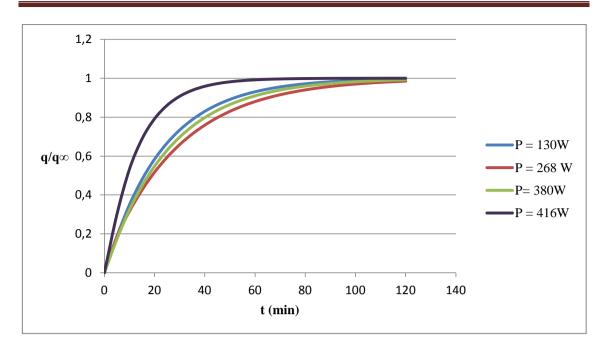
Chapitre IV : Modélisation de la consommation énergétique lors de l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation



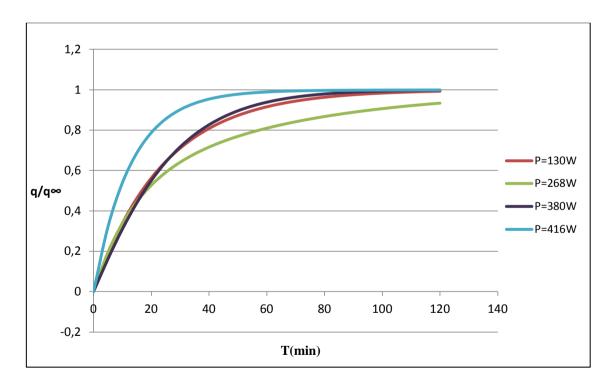
**Figure IV.16**: L'évolution de la consommation énergétique par gramme d'huile essentielle de genévrier extraite en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova.

La quantité d'énergie consommée par gramme d'huile essentielle extraite, qui devient de plus en plus considérable en élevant la puissance de chauffe comme le montre les figures IV.13,IV.14 pour l'arbousier et IV.15, IV.16 pour le genévrier, représentant son évolution en fonction du temps sous les différentes puissances de chauffe, augmente de deux manières différentes, dont la deuxième est très importante à partir d'un certain temps d'extraction, comparée à celle qui la précède qui parait pratiquement linéaire.

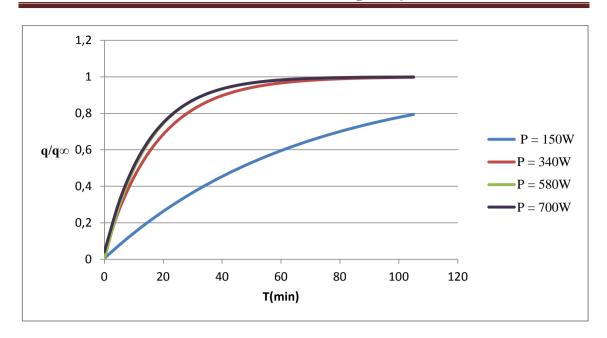
A partir de ce constat, on se pose la question suivante : est-il justifiable d'aller au-delà de ce point de transition et voir sa consommation ainsi que sa facture énergétique augmenter exponentiellement, sachant que si on fixe approximativement ce point de transition à 40 min, dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier, on aurait extrait pratiquement 80% de la quantité maximale pouvant être obtenue avec les trois puissances de chauffe : 130W, 268W, 380W et dépasser les 80% sous des puissances de chauffe de 340W, 580W et 700W, en le fixant à 30 min, dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier, comme l'approuve les figures IV.17, IV.18 et IV.19, IV.20.



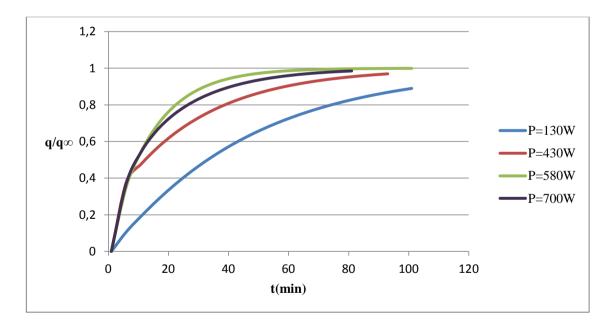
**Figure IV.17** : L'évolution du rapport  $q/q\infty$  en fonction du temps, simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier.



**Figure IV.18** : L'évolution du rapport q/q∞ en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova, dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier.



**Figure IV.19** : L'évolution du rapport  $q/q\infty$  en fonction du temps, simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier.



**Figure IV.20**: L'évolution du rapport q/q∞ en fonction du temps, simulée par le modèle de Sovova, dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier.

Pour mieux étudier l'évolution de la consommation énergétique au cours du processus de l'extraction, on trace ses variations en fonction du rapport  $q/q\infty$  (le rendement à l'instant t/le rendement final), après l'avoir exprimée en fonction de ce rapport de la manière suivante :

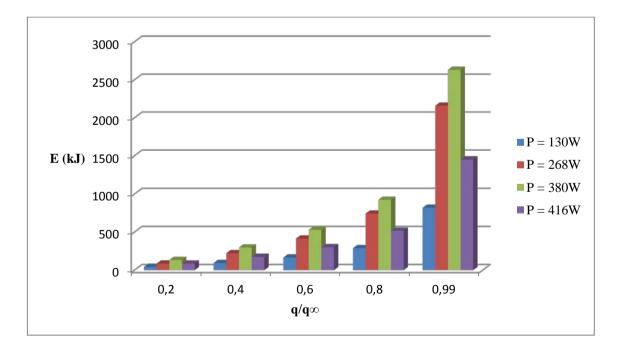
Sachant que : 
$$E = P.t$$
 (IV.13)

et que 
$$t = (-1/k).\ln((1/B)*(1-q/q_{\infty})),$$
 (IV.14)

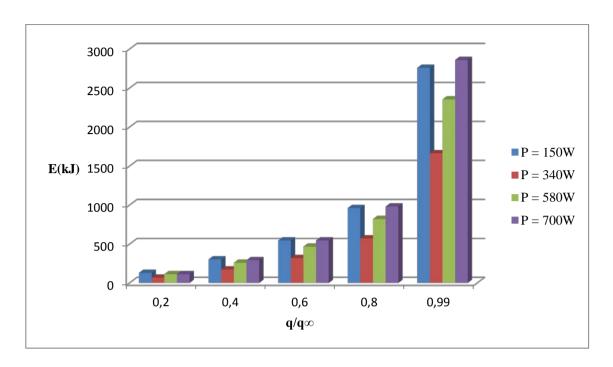
en simulant le rendement R avec le modèle du 1<sup>er</sup> ordre.

Donc: 
$$E(q/q\infty) = P.(-1/k).ln((1/B).(1-q/q_\infty))$$
  
(IV.15)

Les résultats simulés de l'évolution de la consommation énergétique en fonction du rapport  $q/q\infty$ , sous les différentes puissances de chauffe, durant l'extraction de l'huile d'arbousier et de genévrier sont représentés dans les figures IV.21 et IV.22 respectivement.



**Figure IV.21**: L'évolution de la consommation énergétique en fonction du rapport  $q/q\infty$ , simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile de l'arbousier.



**Figure IV.22** : L'évolution de la consommation énergétique en fonction du rapport  $q/q\infty$ , simulée par le modèle du 1<sup>er</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier.

Les figures IV.21 et IV.22 témoignent de l'élévation considérable de la consommation énergétique à partir d'un certain rapport  $q/q\infty$ , cette consommation se multiple, pratiquement, par trois en passant de l'extraction de 80% à 99% de la quantité maximale d'huile pouvant être obtenue à l'équilibre, ce qui prouve qu'un épuisement total de l'huile contenue dans la matière végétale est loin d'être rentable, en effet, l'impact environnemental ainsi que le cout de production, évolueront dans le même sens et avec la même amplitude que la consommation énergétique, bien que les prix de vente restent constants.

Ces figures montrent également que les puissances de chauffe intermédiaires (268W, 380W), et limites (150W, 700W) dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier et de genévrier respectivement, impliquent les consommations énergétiques les plus importantes.

Afin de déterminer la puissance de chauffe assurant le meilleur rendement avec la consommation énergétique la plus faible possible, nous corrélerons les résultats

précédents avec ceux donnant l'optimum du rendement en fonction de la puissance de chauffe recherchés comme suit :

En adoptant le modèle du 1<sup>er</sup> ordre :  $q(t) = q\infty.(1 - B.exp(-kt))$ 

Pour chercher la puissance de chauffe optimale, on doit écrire k en fonction de P (Les valeurs de B trouvées précédemment tendent vers 1).

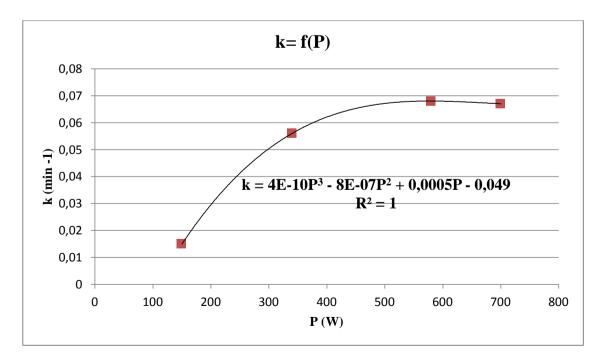
On obtient: 
$$q(t, \mathbf{P}) = q \infty$$
. (1- exp(- $\mathbf{k}(\mathbf{P})$ .t) (IV.16)

$$dq/dP = q\infty.k' (P).t.exp(-k.t)$$
 (IV.17)

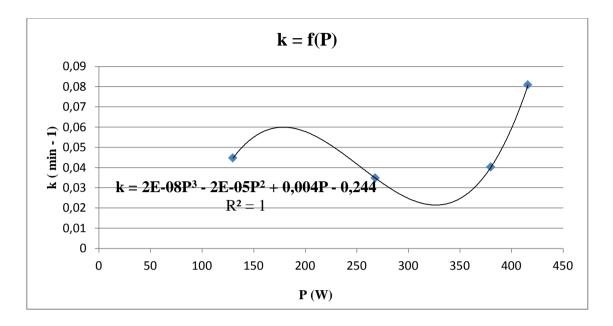
Pour 
$$t \neq 0$$
, 
$$dq (P^*,t)/dP = 0$$
 (IV.18)

L'équation (IV.18) implique : 
$$\mathbf{k'}(\mathbf{P}^*) = \mathbf{0}$$
 (IV.19)

Afin de trouver l'équation reliant k (constante cinétique) à P (puissance de chauffe), nous avons tracé les variations de ce paramètre (k) en fonction de la puissance de chauffe, et ajouté une courbe de tendance polynomiale.



**Figure IV.23** : Variations de k en fonction de la puissance de chauffe dans le cas de l'extraction de l'huile de genévrier.



**Figure IV.24**: Variations de k en fonction de la puissance de chauffe dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier.

Nous trouvons des valeurs optimales de P\* égales à 544W et 500W dans le cas de l'extraction de l'huile d'arbousier et de genévrier respectivement, ces valeurs n'appartiennent pas aux tranches de puissances impliquant les fortes consommations énergétiques, par conséquent elles peuvent être retenues comme des puissances de chauffe optimales assurant un maximum de rendement, tout en consommant un minimum d'énergie.

La figure qui suit regroupe les courbes représentant l'évolution de la quantité d'énergie consommée, au cours du processus d'extraction de l'huile de l'arbousier, en utilisant un chauffage électrique et la combustion de la biomasse comme source de production de la vapeur d'eau.

Afin de pouvoir déterminer, à l'aide de l'équation (IV.15), l'énergie consommée au cours du processus d'extraction de l'huile de l'arbousier, en utilisant la biomasse

comme moyen de génération de la vapeur d'eau, il a fallu estimer la puissance délivrée par un générateur de vapeur à biomasse.

Cette puissance se calcule comme suit : 
$$P_B = Q_B / t_c = f. PCS / t_c$$
 (IV.20)

#### Avec:

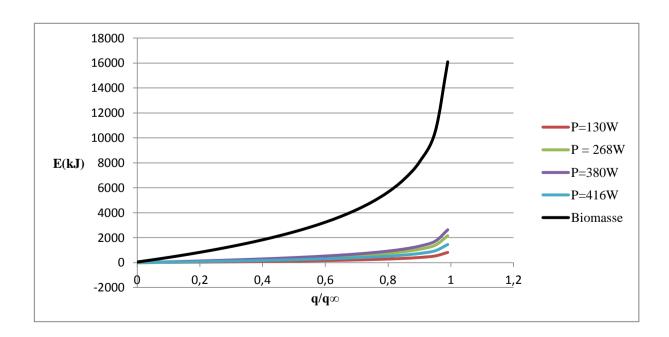
**f**: la quantité de biomasse utilisée, qui était de 415g des parties aériennes d'Arbousier, issues de l'extraction des huiles essentielle par hydrodistillation [55].

**PCS**: le pouvoir calorifique supérieur des feuilles d'arbousier, définit comme étant la quantité totale de chaleur dégagée par la combustion complète de l'unité de poids de cet échantillon, égale à 20.87 KJ / g [61,62].

 $\mathbf{Q}_B$ : représente la quantité maximale de chaleur, pouvant être produite par la combustion de l'échantillon f,  $\mathbf{Q}_B = PCS.f.$ 

 $t_c$ : temps de combustion, égale à 20 min [55].

Ce qui donne :  $P_B = 415x20,87. \ 10^3/(\ 20x60\ ) = 7217W$ 



**Figure IV.25**: L'évolution de la consommation énergétique en utilisant un chauffage électrique et par biomasse, simulée par le modèle du 1<sup>èr</sup> ordre, dans le cas de l'extraction de l'huile de l'arbousier.

La figure (IV.25) met en évidence l'économie considérable de l'énergie électrique, réalisée en utilisant les résidus de la matière végétale comme source de chauffage.

#### **Conclusion:**

Les constations faites ainsi que les résultats obtenus dans ce chapitre, portant sur la modélisation énergétique, prouvent que l'extrait récupéré en fin du processus de l'hydrodistillation est très couteux énergétiquement, en effet, la consommation énergétique change de tendance d'évolution, en se multipliant par trois en passant de l'extraction de 80% à 99% de la quantité maximale d'huile essentielle pouvant être obtenue à l'équilibre, et ceci dans les deux cas étudiés, ce qui permet de conclure qu'un épuisement total de la matière végétale est loin d'être justifiable d'où la nécessité d'une démarche de modélisation permettant la simulation des tendances d'évolution de la quantité d'énergie consommée au cours du processus d'extraction, aboutissant, en dernier, à la définition d'un rendement optimal pouvant être atteint sous une puissance de chauffe optimale impliquant une économie de l'énergie.

### Conclusion générale

La démarche de modélisation de la consommation énergétique lors de l'extraction des huiles essentielle par hydrodistillation, proposée dans ce travail, a permis de vérifier que ce procédé devient, effectivement, énergivore à partir d'un certain rendement en huile essentielle, de ce fait, des économies d'énergie peuvent être réalisées en évitant d'aller au delà de ce rendement tout en travaillant sous des conditions opératoires optimales.

Dans un premier temps, nous avons appliqué le modèle de premier ordre et un autre à deux constantes de temps aux cinétiques d'extractions étudiées, et nous avons constaté que les deux modèles simulent bien les résultats expérimentaux, sur la base de ce constat, nous avons défini la consommation énergétique comme étant une quantité d'énergie par unité de masse de l'huile produite en divisant la puissance de chauffe par la vitesse d'extraction, ainsi nous avons pu démonté que l'évolution de la consommation énergétique est de type exponentielle et qu'elle augmente considérablement à partir d'un certain temps d'extraction.

Dans un second temps, nous avons utilisé les équations établies lors de la simulation des cinétiques d'extraction avec le modèle de premier ordre, pour exprimer l'évolution de l'énergie consommée en fonction de la quantité d'huile essentielle produite.

Les résultats trouvés montrent, contrairement à ce qu'on peut penser, que cette évolution de la consommation énergétique n'est pas linéaire mais exponentielle.

Par le biais de ce ces calculs et cette approche de modélisation, nous avons montré que le maximum de production en huile essentielle, correspondant à l'épuisement total de la matière végétale peut ne pas représenter un optimum économique ni écologique.

### **Bibliographie:**

- [1] AFNOR, NF T75-006 -Matières premières aromatiques d'origine naturelle- Février 1998.
- [2] J.Bruneton, Pharmacognosie Phytochimie Plantes médicinales, Tec&Doc, Lavoisier, Paris, 1993, p915, pp 570-583.
- [3] M.Wichtk, R.Anton, Plantes thérapeutiques, Technique et Documentation, Paris, 1999.
- [4] S.Budaveri, M-J.O'Neil, A.Smith –The Merk Index-12ème Ed., Whitehouse Station: Merk and Co, INC, 1996, p 2350.
- [5] Guenther, the Essential Oils, D. Van Nostrand Company, New York, 1948.
- [6] G.Gilly, Les plantes aromatiques et les huiles essentielles à Grasse: botanique, culture, chimie, production et marché. Editions Le Harmattan, 2005.
- [7] L.Angharad Rees, Face aux défis des systèmes publics de santé, quel rôle pour la médecine traditionnelle dans les pays en développement ? 2011, pp 337-345.
- [8] A.Lengani, L-F.Lompo, I-P.Guissou, J-B.Nikiema, Médecine traditionnelle et maladies des reins au Burkina Faso. Néphrologie & Thérapeutique 6, 2010, pp 35–39.
- [9] I.Robard, Plantes médicinales d'outre-mer et pharmacopées: aspects juridiques, économiques et culturels. Phytothérapie**2**, 2004, pp 16–21.
- [10] J-A.Richardson, -Potpourri hazards in cats-Toxicology Brief, December 1999.
- [11] M.Lis-Balchin –Possible health and safety problems in the use of novel plant essential oils and extracts in aromatherapy- The Journal of The Royal Society for the Promotion of Health –December 1999- Vol119, No4, pp240-243.
- [12] D.Bégin, M.Gérin, La substitution des solvants par le d-limonène. Health (NIOSH), 2000.
- [13] J-Y.Anizon, B.Lemaire, M.Surbled, Extraction assistée par micro-ondes, In : Technique de l'Ingénieur, traité Opérations unitaires du génie industriel alimentaire. Paris : Technique de l'Ingénieur, pp. F3 060-1- F3 060-7.
- [14] M-A.Martinez Sosa, Thèse de doctorat d'ingénieur No 60, Institut National des sciences Appliquées, Toulouse, 1981.

- [15] D-L.Pavida, G-M.Lampman, G-S.Kriz, Introduction to organic laboratory techniques, W.B Sauders, Philadelphia, USA, 1976, pp567-573.
- [16] E. Bocchio, ParfumsCosmét. Arômes, 1985, pp 61-63.
- [17] J.Garnero, Phytotherapy, 1985, p 15,19.
- [18] S.Tandon, Distillation Technology for Essential Oils, Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants, International centre for science and high technology, Trieste, 2008.
- [19] SCHMIDT, Hydrodiffusion SA, brevet suisse No 2473058, 1981.
- [20] L.Ganou, Traitements des Matières Premières Végétales : Contribution à l'étude de mécanismes fondamentales de l'hydrodistillation des huiles essentielles thèse pour obtenir le titre de docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse,1993.
- [21] G.Tournaire, Parfums Cosmétiques. Arômes, 1980, p35, 43.
- [22] J-P.Martel, Brevet français No 2388881 ,1977
- [23] A.Gauthier, Les applications de l'électricité dans l'industrie. LavoisierTec&Doc, 1998.
- [24] A-J.Berteaud, M.Delmotte, Les micro-ondes : de la cuisine à l'industrie. La Recherche, 24, no 252,1993, pp286-294.
- [25] F.Chemat, M-E.Lucchesi, J.Smadja, 2004, US Pat. 0 187 340 A1
- [26] J-R-J.Pare, M.Sigouin, J.Lapointe, Extraction de produits naturels assistée par micro-ondes, EP 398798,1990).
- [27] M-T.Golmakani, K.Rezaei, Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from Thymus vulgaris L. Food Chemistry 109, 2008, pp 925–930.
- [28] M.AbertVian , X.Fernandez , F.Visinoni , F.Chemat, Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils, Journal of Chromatography A , 1190, 2008, pp 14–17.
- [29] agritech.tnau.ac.in/.../extractionmethods of naturalessential oils.
- [30] E.Beneteaud, Les techniques d'extraction, Comité Français du Parfum, 2011
- [31] Pharmacopée Européenne. 7e édition. Strasbourg: Conseil de l'Europe, 2010.
- [32] S.Kapetanovic, S.Djugumovic, R.Ramic, Isolement de l'huile essentielle de rose par distillation sèche. Parfums, Cosmétiques et Arômes (56), 1984.
- [33] Bertucco and G. Franceschin, Supercritical fluid extraction of medicinal and aromatic alants, Extraction technologies for medicinal and aromatic plants, International center for science and high technology, Trieste, 2008.

- [34] M.Herrero , A.Cifuentes , E.Ibañez , Sub and supercritical fluid extraction of functional ingredients from different natural sources : Plants, food-by-products, algae and microalge, Instituto de FermentacionesIndustriales (CSIC), Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid, Spain.
- [35] M.Perrut, Extraction par fluide supercritique, In : Technique de l'Ingénieur, traité : Opérations unitaires : extractions fluide/fluide et fluide/solide, Paris : Technique de l'Ingénieur, pp.J 2 770 1 J 2 770 12.
- [36] J-R-J.Paré, M.Sigouin, J.Lapointe, US Pat, 1992.
- [37] H-D.Baehr, K.Stephan, Heat and mass transfert 2 ed, Bochum and Stuttgart, 2006, pp 64-66, 70, 225-231.
- [38] J.Crank, The mathematics of diffusion 2 ed, Oxford, 1975, pp 44-50, pp 89-91.
- [39] M.Rakib, M. Stambouli, A.Buch, Transfert de matière Cinétique du transfert de matière entre deux phases, Technique de l'Ingénieur, traité Transfert de matière en génie des procédés. Paris, pp. J1075-2- J1075-14.
- [40] H.Sovova, A-S.Aleksovski, « Modèle mathématique pour l'hydrodistillation des huiles essentielles » Flavour.Frag.j. (21) (2006) 881-889.
- [41] E-H.Benyoussef, S.Hasni, R.Belabbes, J.M.Bessiere, Modélisation du transfert de matière lors de l'extraction de l'huile essentielle des fruits de coriandre, Chem. Eng. J. 85 (2002) 1–5.
- [42] A.Lalou, L.Rigal, C.Gourdon, G.Casamatta, Extraction d'hémicelluloses des coques de tournesol en colonne pulsée, mise au point et modélisation d'un procédé pour un matériau végétal complexe 1ère conférence maghrébine de génie des procédés, Marrakech, Maroc (1994) 605–608.
- [43] D.Garikapati, K.Babu, B.Singh, Simulation of Eucalyptus cinerea oil distillation: A study on optimization of 1,8-cineole production, Biochemical Engineering Journal 44 (2009) pp 226–231
- [44] Ž.Milojević, D-T.Stojanović, R.Palić, L.MiodragLazić, B.VladaVeljković, Kinetics of distillation of essential oil from comminuted ripe juniper (Juniperuscommunis L.) berries, Chem. Eng. J. 39 (2008), pp 547-553.
- [45] Cape Hart, Turner and Kennedy, Guide to Energy Management Fairmont press, 1997.
- [46] E-H.Benyoussef, « Audit Energétique, une nécessité pour la rationalité de la consommation d'énergie », 15ème Journée de l'énergie, SONATRACH-Siège Hydra, ALGER, 14 avril 2011.
- [47] Gestion des activités rurales génératrices de revenus. Archives de documents de la FAO.
- [48] J-M.Prado, P-F.Leal, M-A-A.Meireles, Comparison of Manufacturing Cost of Thyme Extract Obtained by Supercritical Fluid Extraction and Steam Distillation,

- LASEFI/DEA/FEA (School of Food Eng.)/UNICAMP (University of Campinas), R. MonteiroLobato, 80; 13083-862, Campinas, SP, Brésil.
- [49] P-T-V.Rosa, M-A-A.Meireles, Journal of Food Engineering, Vol. 67, 2005, p. 235.
- [50] R.Turton, R-C.Bailie, W-B.Whiting, J.A.SHAEIWITZ, Analysis, synthesis, and design of chemical process, 1998, p.848.
- [51] AVICE Note sur un bois d'arbousiers dans les Côtes-du-Nord., côtes-du-nord, arbutusunedo, 1896, p 123.
- [52] L-P.Oddo, M.Piazza, A.Sabatini, M.Accorti, Characterization of unifloralhoneys.
  Apidologie 26, 1995, pp 453–465.
- [53] R.Auger, J.Laporte, Flore du domaine atlantique du Sud-ouest de la France et des régions des plaines, CNDP, 1982, p 516.
- [54] J-M.BLONDEAU, PHARMACIE TISSOT-MAIRE, 2009-2011.
- [55] R.Bessah, Evaluation du potentiel d'économie d'énergie dans les procédés d'extraction et intégration des énergies renouvelables, thèse de doctorat en cours, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 2013.
- [56] J.Clevenger, Apparatus for the determination of volatile oil. Journal of the American Pharmaceutical Association 17, 1928, pp 345–349.
- [57] T.Bačić, T.Lawrence, D.Cutler, Leaf anatomy of an Arbutus taxon from Yugoslavia. Kew bulletin, 1992, pp535–543.
- [58] R-K-P Yadav, A-M.Bosabalidis, D.Vokou, Leaf structural features of Mediterranean perennial species: plasticity and life form specificity. J Biol Res**2**, 2004, pp 21–34.
- [59] J.Llusià, J.Peñuelas, Seasonal patterns of terpene content and emission from seven Mediterranean woody species in field conditions, American Journal of Botany87, 2000, pp 133–140.
- [60] Beograd, Pharmacopée Jugoslavica, Institut de Savez nizavodza Serbie, 1984.
- [61] J. Doat, J. C. Valette, D.Askri, L.Calimartin, M.Bettachini, M.Moro, Le pouvoir calorifique supérieur d'espèces forestières méditerranéennes. Annales des Sciences forestières, 38, 1981, pp 469–486.
- [62] J.Doat, J.Valette, L'inflammabilité de quelques bois tropicaux. Revue Bois et Forêts des Tropiques, 43, 1980.