

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

22/89

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Genie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Contribution à l'Etude de Certains Extraits
Issus du Bois de Cèdre et Réalisation d'un
Dispositif d'Extraction en Continu .

Proposé par :

Madame R. DERRICHE

Etudié par :

M. K ISSAD

Dirigé par :

Madame R. DERRICHE

PROMOTION : JUIN 1989

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Genie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Contribution à l'Etude de Certains Extraits
Issus du Bois de Cèdre et Réalisation d'un
Dispositif d'Extraction en Continu.

Proposé par :

Madame R. DERRICHE

Etudié par :

M. K ISSAD

Dirigé par :

Madame R. DERRICHE

PROMOTION : JUIN 1989

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ECOLE NATIONAL POLYTECHNIQUE
DEPARTEMENT: GENIE CHIMIQUE
PROMOTEUR: Madame DERRICHE
ELEVE INGENIEUR: M.K. ISSAD

الموضوع: إسهام في بحث في بعض مخالغ شجرة الخرز
وانتاج مخالغ الذي يعمل باستمرار

ملخصها: عملنا يحتوي أولاً على خلع زيوت
أساسية من شجرة الارز بتجهيز
سيول من النفط. التجارب ومقرانته
بمخلوع انتاج عن الامحرات
انتاج مخالغ الذي يعمل باستمرار لتزوي
ايضا تأثير الحرارة على عملية الخلع.

sujet: contribution a l'etude de certains extraits issus du bois
et realisation d'un dispositif d'extraction en continu

resume: notre travail consiste a effectuer des extractions
d'huile essentielle avec differents solvants qui sont
des coupes reduites de naphta du petrole Algerien et les
comparer a l'extrait issu de l'hexane .
en second lieu nous realisons un dispositif d'extraction
en continu dont, nous verrons l'influence de la
temperature.

subject: contribution to study some extracts issue from
cedarwood and realise an extractor in continu

summary: our work consists first in extraction of essential oil
of cedarwood with different solvents which are issue
from fractional naphta of Algerian petroleum and
compare them to the extract with hexane like solvent
in the second time we realise an extractor in continu
and we will see the effect of temperature in extraction

membres du jury

PRESIDENT:M.BELABBES professeur E.NP

EXAMINATEURS:Mme DJELLAS chargée de cours
Mme CHARCHARI chargée de cours

PROMOTEUR:Mme DERRICHE chargée de cours

dedicaces:

je dedie ce modeste travail a
ma mere;mon pere
ma grand-mere
mon frere Mourad
mes cousins,cousines
mes amis(es) et tous ceux
qui me sont cheres
a LA MEMOIRE DE
MADAME KERBACHI

KAMEL

REMERCIEMENTS

r
m

Je suis tres sensible a l' honneur que me fait Monsieur le professeur R.BELABBES d'avoir bien voulu presider mon jury. Qu'il me soit permis de lui exprimer , en cette circonstance ,ma profonde gratitude pour la bienveillance dont il a fait preuve a mon egard et pour l'interet qu'il a manifesté pour mon travail .

Je tiens a exprimer ma vive reconnaissance a mesdames S.CHARCHARI et T.DJELLAS pour l'honneur qu'elles me font d'avoir bien voulu accepter de faire partie de mon jury.

Je voue une gratitude particuliere a madame R.DERRICHE qui a dirige mon travail .Qu'il me soit permis de la remercier vivement pour la bienveillante attention qu'elle n'a cesse de me manifester ,pour ces directives avisees et pour son aide constante qui m'ont permis de mener a bien ce travail .

Je voudrais associer a ces remerciements toutes les personnes qui ont contribue a la realisation de ce travail ,en particulier au personnel du Ministere de l'education nationale KOUBA...

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

**PARTIE
THEORIQUE**

Depuis des années, la fabrication des parfums n'a cessé de se développer jusqu'à s'imposer dans notre vie quotidienne.

L'origine des parfums est à base d'huiles essentielles(1) qu'on nomme aussi essences naturelles et qui se définissent comme étant des matières odorantes contenues dans les tissus végétaux.(2)

Actuellement on dénombre plus de deux milles huiles essentielles dont deux cents font l'objet d'importantes transactions commerciales et dans ce but ~~pur~~ commercial et économique que nous voulons valoriser nos ressources forestières et ce en isolant leurs huiles essentielles. Nous nous intéressons particulièrement à l'huile essentielle du bois de cèdre qui se vendait en 1983 - 591,437 \$ US les 100 Kg et 560,111\$ US en 1984 (3). De plus l'huile essentielle du bois de cèdre peut remplacer l'arbre du santal(Arbre que nous n'avons pas) dont l'essence est très demandée en Pharmacie(4).

Parmi les procédés d'extraction pour l'obtention des huiles essentielles on cite l'entraînement à la vapeur, la macération, l'expression l'enfleurage, l'extraction par solvant volatil. Actuellement toutes les concrètes produites chez nous sont obtenues à l'aide de l'héxane qui est solvant fort coûteux et importé, plusieurs pays ont déjà remplacé l'héxane pur par de l'éther de pétrole qui est un solvant beaucoup moins coûteux, tout comme l'héxane ce dernier n'est pas produit chez nous.

.../...

/-/ HISTORIQUE

Les Chinois, les Indiens, les Perses, les Egyptiens savaient retirer les substances aromatiques des plantes et les utilisaient pour les sacrifices et l'embaumement (5).

L'art de la distillation pratiqué par ces Peuples passa aux mains des Arabes dont Avicène réalisa le premier alambic pour distiller les fleurs(6).

En 1866 , Kékulé crée l'appellation des terpènes(7) mais c'est surtout à M.O. Wallach, créateur de la chimie des terpènes modernes, que l'on doit de pouvoir actuellement différencier le grand nombre de terpènes et leurs dérivés(8).

L'essence de cèdre parait avoir été préparée la première fois à Alger en 1899(4) Peu après la maison Gros et Chiris traitant dans son Usine de Boufarik du bois de cèdre " Résineux" eut un rendement de 5% M.E. GRIMAL établit partiellement sa composition chimique en 1902; M. BOISSE dénomma l'essence de cèdre "LIBANOL" et fut utilisé en Blénnorogie a l'Hopital Mustapha d'Alger et donna des résultats des plus encourageants(4).

Un nouveau procédé d'extraction fait son apparition, celui de l'extraction des Solvants volatils du au français Robiquet et ce n'est qu'en 1836 qu'une étude parut et due a Millon, Chef de Laboratoire d'Alger (9).

.../...

II. 1- LE CEDRE DE L'ATLAS ALGERIEN

Le cèdre de l'Atlas que l'on nomme " Cédrus Atlantica Manetti (10) trouve son aire naturelle au Maroc et en Algérie,; c'est l'un des Géants de la Montagne; il peut dépasser les 40 m, c'est l'espece la plus avantageuse du point de vue forestier, sa croissance est rapide , et la qualité du bois est bonne.

Les cédraies s'étendent en Algérie sur environ 25.000 ha soit environ 2% de la surface des forets en Algérie.(11) -(12)

La répartition est comme suit: 17.000 ha dans les Aures (Foret Bélatma et de Chélia) 1000ha a Theriet-El-Had constituées en parc national, le reste sur l'Atlas Blidéen(Parc de Chréa)(13).

La production des forêts naturelles en Algérie n'est malheureusement pas connue. Pour les plantations dans l'étage humide et sur versant Nord dans l'Atlas Blidéen, la production moyenne des deux peuplements a été mesurée à 8 m³/ha/an.

Le genre Cédrus est représenté par 4 espèces.

- . En afrique du Nord: Cédrus Atlantica Manetti.
- . Au proche Orient : Cédrus Libani, Bareel en Turquie , Syrie et au Liban.
- . Chypre : Cédrus brevifolia Dodé
- . Hymalaya : Cédrus déodora Loudon

La classification du cèdre de l'Atlas est donné par:

- . Embranchement : Gymno Spermes
- . Ordre: Coniferales
- . Sous-Ordre: Orbietales
- . Famille: Pinaccae
- . Genre: Cédrus
- . Espèce: Cédrus Atlantica Manetti (11)- (12).

Le cèdre de l'Atlas est un arbre monoïque de première grandeur. En massif et pendant la jeunesse, le tronc est conique et droit. A l'état isolé et chez les sujets âgés, le cèdre prend la forme tabulaire et tortueuse, son écorce est grise, les feuilles en rameaux, couleur glauque) celle-ci sont de 1 a 2 cm de long et vivent généralement 3 ans. Le cône ovoïde, long de 5 a 8 cm dressé vers le ciel au sommet aplati ou déprimé.

A un an , il est vert bleuâtre u pourpre: a 2 ans marron claire ou foncé.

Initialement , les massifs, de cèdres ont été créés en vue de protéger le sol dénudé par un déboisement abusif.(14)

II. 2. - CONDITIONS CLIMATIQUES ET GEOGRAPHIQUES:

La nature du sol, la situation géographique, l'ensoleillement, la pluviométrie et l'hygrométrie constituent autant de facteurs pouvant influencer la composition d'une huile essentielle extraite d'une même plante.

II.2.1. - SOL:

Le cèdre ~~parait~~ indifférent à la nature chimique des sols il s'accommode de tous, qu'ils soient silicieux ou calcaires.

Le jeune cèdre a une préférence pour les sols meubles ou caillouteux, la jeune plante y pénètre aisement, s'y développe rapidement en résistant aux rigueurs des premiers étés.

Le cèdre redoute les terrains mouilleux, les sols a molinie, les cuvettes argileuses mal drainées(11)-(14)

II.2.2.- CLIMAT

Parmi les facteurs climatiques, les précipitations estivales ont un rôle déterminant. Le cèdre, sauf au stade de plantule, supporte facilement les variations de températures, de même que les limites assez prononcées de minima et de maxima.

III/- HUILES ESSENTIELLES

Les huiles essentielles appelées communément essences naturelles sont des substances odorantes, huileuses, volatiles, peu solubles dans l'eau contenues dans les tissus végétaux(15,16,2). Elles sont incolores ou jaunâtres, inflammables, s'altèrent facilement à l'air en se résinifiant.

Elles sont ordinairement liquides à la température ordinaire, quelques unes sont solides ou en partie cristallisées.

Aux basses températures, un grand nombre d'essences se séparent en deux parties distinctes, dont l'une solide, est nommée " Stéaroptène.

.../...

et l'autre qui reste liquide aux températures mêmes très basses est appelée "Eléoptène. La température à laquelle s'opère cette séparation varie avec les essences et parfois pour une seule et même essence, suivant l'âge et le mode d'extraction.

Des recherches ont montré que l'éléoptène est le plus souvent un hydrocarbure, tandis que le stéaroptène est un composé.(17)

Les huiles essentielles les plus importantes sont données dans le tableau 1. et celles-ci sont définies d'après(16):

- La matière végétale d'ou elles proviennent
- leur modes d'obtention
- leur composition.

III/-1- HUILE CONCRETE , HUILE ABSOLUE, RESINOIDES

L'huile concrète est obtenue a partir des substances végétales fraîches qu'on appelle communement " Pommade de Fleurs" , elle est traitée par solvant volatil (18).

L'huile absolue est une huile concrète lavée plusieurs fois a l'alcool(95°) afin déliminer les cires(18).

Les résines sont des matières lourdes qui fixent les composés volatils de l'huile(19).

L'arome est l'odeur qui caractérise les corps volatils issue des aliments ou boissons au cours de leur dégustation. La flaveur est l'ensemble des sensations olfactives perçues pendant la consommation d'un produit. Les parfums sont des produits chimiques volatils a la température ordinaire et possédant une odeur agréable(19).

III.2- FORMATION DES ESSENCES

Le bois est un matériau particulièrement complexe; il est courant d'affirmer qu'il s'agit d'un matériau vivant(20). Le bois constitue la partie la plus importante du point de vue quantitatif du tissu de certaines plantes dites " plantes ligneuses", les plantes sont caractérisées par le fait que leurs tissus subissent une modification.

N°	Nom de l'huile	Source Géographique	méthode de Production	Partie Utilisée	Composé(s) important(s)
1	Amandes amères	Californie Maroc	vapeur	graine	Benzylcyanide 96% HCN 2-4%
2	Couriers	Antilles	vapeur	feuilles	eugénol 50%
3	Bergamote	sud de l'Italie	expression	pelure, écorce	Acétate benzyl 60% Linalool 6%
4	Carvi (Cumin des prés)	Europe du Nord Hollande	vapeur	graine	Carvone 55% d-limonène
5	Casse	Chine	vapeur	feuilles et brindilles	Cinnamic aldéhyde 70%
6	bois de Cèdre	Etats-Unis	vapeur	Cœur de l'arbre	Cedrene Cedrol
7	Cannelle	Ceylon	vapeur	écorce	Cinnamic aldéhyde Eugénol
8	girofle	Zangibar, Madagascar, Indonésie	vapeur	Boisgéos	Eugénol 85-95%
9	Coriandre	Europe Central Russie	vapeur	Fruit	Linalool pinène
10	Eucalyptus	Californie Australie	vapeur	graines	Cinède (eucalyptol) 70-80%
11	Geranium	bassin méditerranéen	vapeur	feuilles	Geraniol, esters 20% Citronellol
12	Jasmin	France, Egypte Italie	Pommade froide	fleurs	Benzyl acetate linalool, esters
13	Lavande	Bassin méditerranéen	Distillation	fleurs	Linalool
14	Citron	Californie Sicile	expression	Pelure	d-limonène 20% Citral 5,5-8%
15	orange	Floride, Californie bassin méditerranéen	expression Distillation	pelure	d-limonène 30%
16	menthe poivrée	Etats-Unis	vapeur	feuilles	Menthyl 45-50% esters
17	Rose	Bulgarie Turquie	vapeur, solvant en fleurage	fleurs	geraniol et Citronellol 10%
18	bois de sandal	Inde et Antilles	vapeur	bois	Santalol 30% esters 5%
19	Tubéreuse	France	enfleurage solvant	fleurs	huile de tubéreuse
20	gaultheria (essence de Wintergreen)	Etats-Unis	vapeur	feuilles	Methyl Salicylate 99%
21	y lang - y lang	Madagascar Philippines	vapeur solvant	fleurs	esters aldols

Tableau 5A : [24]
huiles essentielles Les plus importantes

appelée lignification qui a pour résultat de durcir les parois cellulaires et de donner ainsi la fermeté à la tige et aux rameaux.

La lignification n'est pas un phénomène particulier aux plantes ligneuses mais on ne la trouve qu'à un degré moindre chez d'autres végétaux(21).

Pour la composition chimique du bois, elle est a peu près la même pour toutes les essences(20), la composition pondérale du bois complètement sec correspond en moyenne à:

Carbone :	49, 5%
Hydrogène:	6%
Oxygène :	43%
Azote :	0,5%
Cendres:	1%

On a cherché a trouver pour le bois , une formule chimique globale approchée, et les spécialistes se mettent d'accord, en se basant sur le carbone, sur une formule du type

$CH_{1,5} O_{0,65}$ (en négligeant l'azote et les Cendres)

OU $C_6 H_{8,39} O_{3,54} NO_{,1}$ (pour être précis(20).

Les cendres varient d'une huile a l'autre, d'une partie a l'autre suivant le sol sur lequel il a poussé. Les cendres se composent essentiellement de magnésie, de chaux, de silice, de potasse, et d'anhydride phosphorique.

Elles constituent donc un bon engrais mais très dilué.

Le bois vert contient 50% d'eau, il y a de l'eau imprégnant les membranes(20). L'huile est ~~secrétée~~ dans des poches ~~secrétées~~ pour Myrtacées (eucalyptus) et rutacées (oranger, citronnier); dans des canaux sécrèteurs pour les conifères (Pin, Sapin, Cédre) et embellifères (carotte, persil) et dans les poils sécrèteurs pour les composées(bleuet, arnica.

La destinée d'un arbre est d'organiser une cime qui lui assure un maximum d'exposition a la lumière, la tige doit.

donc acquérir des tissus de soutien dont la rigidité est assurée par l'imprégnation progressive en lignine; la croissance de la tige dépend de cellulâs très actives groupées en méristèmes (tissu végétal formé de cellules indifférenciées, sièges de divisions rapides et nombreuses situédans les régions de croissance de la plante); avec le temps les méristèmes embryonnaires cèdent la place aux méristèmes primaires, puis secondaires, dont le jeu ajoute chaque année à l'arbre un anneau de tissu neuf. L'extrême longivité de beaucoup d'huiles est le résultat de ce mode de croissance indéfinie.

La vie d'un arbre et sa croissance harmonieuse dépendent du bon fonctionnement d'un étroit cylindre où des tuyauteries fonctionnant en sens inverse assurent, d'une part, la montée de l'eau et des matières premières et d'autre part la distribution de la sève élaborée (chargée de substances nutritives et de facteurs de croissance) aux régions d'actives multiplications cellulaires que sont les méristèmes.

A la limite de l'écorce et du bois un méristème libéro-ligneux, appelé aussi cambium est constitué d'une fine nappe de cellules très prolifiques est à l'origine des tissus conducteurs. Vers l'intérieur, le cambium engendre des cellules qui deviendront les vaisseaux du bois, conducteurs de la sève brute. Vers l'extérieur, il fournit les cellules du liber, ultérieurement différenciées en tubes criblés qui repartiront dans l'ensemble de l'arbre la sève élaborée.

Toute la vie d'un arbre se trouve concentrée dans une étroite bande cellulaire incluant la partie profonde de l'écorce, le cambium de l'anneau de bois le plus récent. Cette zone vivante s'insère entre le coeur constitué du tissu mort n'offrant plus qu'une fonction de soutien, et le liège de l'écorce superficielle, (tissu de protection, également inerte).

Lorsqu'un arbre atteint une vingtaine d'années parfois moins parfois plus, son métabolisme subit d'étranges remaniements. Des tannins des gommes des résines viennent imprégner les tissus morts (22).

.../...

III.3 - COMPOSITION DES HUILES ESSENTIELLES

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes de substances appartenant aux classes les plus diverses. La majeure partie de ces huiles sont constitués de dérivées terpéniques avec différents sous-groupes:

Hydrocarbures, Alcools, Esters, Aldéhydes, Cétones...

(10, 15, 23).

- a- Esters: Cinéol, Eucalyptol, Anéthol, Safrol
- b- Alcools: Linalol, Géraniol, Citronellol, Terpinol, Menthol, Borneol.
- c- Aldéhydes: Citral, Benzaldhyde, Cinnamolidhyde...
- d- Acides: Benzoïque, Cinnamique, Myristique, Isovalérique
- e- Phénols: Eugénol, Thymol, Carvacrol.
- f- Cétones: Carvone, Menthone, Pulegone, Isonone, Fenchone, Thujone, camphor, méthyl héptenone
- g- Lactones: Coumarin
- h- Terpènes: camphène, pinène, limonène, cédrene, phélaudrane
- i- Hydrocarbures: Cymène, Styrène.

III.4- LES TERPÈNES

Les terpènes sont des hydrocarbures cycliques, multiples de C_5H_8 , nous distinguons: (25)

- Les monoterpènes (C_5H_8)² à deux unités isopréniques
- Les sesquiterpènes (C_5H_8)³ à trois unités isopréniques
- Les diterpènes (C_5H_8)⁴ à quatre unités isopréniques
- Les polyterpènes (C_5H_8)ⁿ à n unités isopréniques

Les monoterpènes ($C_{10}H_{16}$) et les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$) et dans une moindre mesure les diterpènes ($C_{20}H_{32}$), sont largement réponsus dans presque toutes les huiles essentielles.

Exemples de terpènes (25)

Monoterpène



Limonène

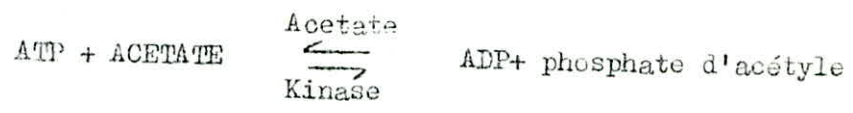
Sesquiterpène



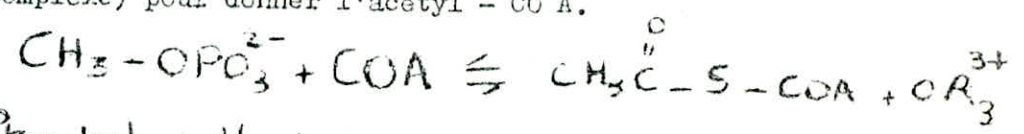
Zingibérène

.../...

Tous les terpènes ont la même origine biogénétique: Le phosphate d'Acétyl $CH_3-C(=O)-C(=O)-O-P(=O)(OH)_2$ est un anhydride mixte de l'acide acétique et de l'acide phosphorique produit par certains micro-organismes directement à partir de l'adénosine triphosphate(ATP) et de l'acétate en présence de l'enzyme acétate kinase(26).



Le phosphate d'acétyle ainsi formé peut alors transférer son groupement acétyle à l'aide d'une enzyme, sur le coenzyme A (un thiol complexe) pour donner l'acétyl - CO A.



Phosphate d'acétyl CoenzymeA acétyl Coenzyme phosphate

* Voici les différentes étapes de la biogenèse des Terpenes (20)

3 acetyl - COA



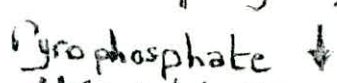
β - hydroxy β - methyl glutaryl - COA



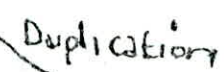
acide mévalonique



pyrophosphate d'isopentyl ↔ pyrophosphate de diméthylallyle

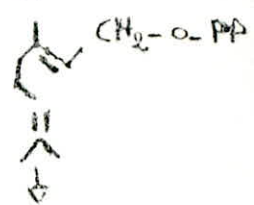


Sesquiterpènes ← Pyrophosphate de farnesyl (C15) ← Pyrophosphate d'isopentyle (C5) ← Pyrophosphate de geranyl (C10) CH_2-O-PP



squalène

diterpènes (C20)



↳ triterpènes cycliques (C30)

↳ stéroïdes

III.5 - CONTRIBUTION A LA CONNAISSANCE DE L'HUILE ESSENTIELLE DU CEDRE

III.5.1. - CEDRE DE VIRGINIE

Selon HUDDLE (27) , Le cédre rouge de Virginie donne un rendement de 3,5%. La majeure partie des huiles se trouve dans le Cœur du bois, l'huile extraite est incolore et se présente sous forme d'un liquide visqueux à odeur balsamique douce et tenace.

Selon GILDEMEISTER et HOFFMAN(8); l'huile de bois de cédre de Virginie possède des propriétés physico-chimiques suivantes:

- Densité.....	0,943 à 0,964
- Pouvoir rotatoire.....	-18° à -4,2°
- Indice de réfraction.....	1,50 à 1,51
- Indice d'acide.....	1,5
- Indice d'ester.....	12

Selon le Laboratoire de Cosmétologie Yves Rocher, l'essence de cédre de Virginie possède la composition chimique suivante(8)

α - Cédrene	20 - 25 %
β - Cédrene	4 - 8 %
- Thujospène	13 - 18 %
- Cédrol	20- 28 %
- Widdrol	3- 6 %

III.5.2- BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS

Cette huile visqueuse se présente sous forme d'un liquide légèrement brunâtre caractérisée par une odeur balsamique plaisante et tenace.

Les propriétés physico-chimiques du bois de cédre de l'Atlas sont données par Massy(28) , qui sont:

Densité.....	0,9384 à 0,9587
Pouvoir rotatoire.....	35° 16' à 49° 14'
Indice de réfraction.....	1,5061 à 1,5132
Indice d'acide.....	0,5 à 2,16

Quand a sa composition chimique, celle-ci à fait l'objet d'un travail de magistère de Mr. BOUMGHAR Yacine(29); elle a fait aussi l'objet d'une publication en 1974 par M. Plattier et Teisseire(30).

M. BOUMGHAR , dans les conditions optimum, l'huile obtenue par distillation a la vapeur d'eau donne la composition.

1- Himachalène.....	10,7 %
2- Himachalène.....	26,9 %
3- Himachalène époxyde.....	8,9 %
Alcool sesquiterpénique.....	6,85 %
Cis. Atlantone	4,2 %
Trans. Atlantone	20,2 %

IV/- EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATIL:

IV. 1 / - MODE D'OBTENTION DES HUILES

Les méthodes d'extraction des principes odorants des matières végétales ont considérablement progressé grâce à la chimie moderne.

Selon les techniques modernes, on obtient des pommades, des huiles essentielles, des résinoïdes ou des infusions(31).

Les grandes méthodes d'extractions sont:

IV.1.1 - L'ENFLEURAGE

C'est une méthode très ancienne, basée sur l'affinité que possèdent certaines graisses pour les molécules organiques odorantes. Cette méthode est appliquée pour les matières végétales fragiles telles que les pétalodes de rose, les derniers sont mis a température ambiante avec un corps gras qui se sature en essence au bout de quelques jours, de ce fait le procédé est considéré long et couteux, par contre la pommade obtenue après épuisement à l'alcool absolue, puis l'évaporation sous vide de ce dernier laisse toute la finesse de l'arome.(24)

IV.1.2.- L'EXPRESSION

Elle est appliquée aux traitements des écorces des hespéridées (Citron, Orange, Mandarine...) et donne des huiles essentielles qui gardent toutes les caractéristiques aromatiques du fruit. (6).

.../...

IV. 1.3.- MACERATION OU DIGESTION

Elle consiste à immerger la matière végétale dans les graisses ou les huiles chauffées à environ (50-70°C) dans les cuves appelées à grasse des bugadiés.

On extrait le parfum par immersions de 1 à 2 heures au maximum et les intervalles entre les charges peuvent atteindre 48 heures selon l'approvisionnement, le poids en fleurs variant entre 5 et 10 fois celui du corps gras, au-delà l'extraction devient non complète.(32).

IV. 4.4- ENTRAÎNEMENT A LA VAPEUR D'EAU

C'est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'extraction des huiles essentielles. Elle consiste à faire passer de la vapeur d'eau saturée sur chauffée en dessous de la charge, cette dernière est placée dans un alambic, Les principaux volatils peu solubles dans l'eau, sont entraînés, puis condensés de plus cette méthode permet de traiter de grandes quantités de matière première(32).

IV. 4.5. - HYDRODISTILLATION

La Méthode convient notamment aux fleurs de plantes (lavande, Thym...) ou d'arbres de culture. Ce procédé ne convient qu'aux distilleries de faible production et aux alambics ambulants, le principe consiste à mettre en contact la matière végétale et l'eau bouillante(32).

IV.4.6.- EXTRACTION AU CO 2.

Le CO₂ est de loin le plus utilisé comme solvant et ceci pour plusieurs raisons (33).

- Bonne solubilité de la majorité des constituants d'une matière végétale ou d'un produit semi-fini tel que concrète, résinoïde ou même essence.

- Récupération aisée des constituants de l'huile essentielle par évaporation, produits obtenus sans trace de solvants

- Facilité de manipulation compte tenu de sa basse température critique 31,3°C et de sa pression critique d'environ 75Kg/cm²

- Le CO₂ n'est ni toxique, ni inflammable

- Il est à bon marché et disponible dans une grande pureté.

...//...

Les produits extraits au CO₂ contiennent peu d'hydrocarbures monoterpéniques et bien plus de composés volatils inexistant dans les huiles distillées à la vapeur ou extraites par solvant.

IV.1.7- EXTRACTION PAR ULTRA-SONS:

Des graisses oléagineuses aplaties par des cylindres tombant dans des paniers situés dans un extracteur arrosé par l'héxane et muni de sonotrodes émettent des ultra-sons(34).

IV.1.8- EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATIL

L'extraction par solvant volatil est aujourd'hui la méthode la plus utilisée. Cette méthode s'effectue aussi bien à froid qu'à chaud au moyen de solvants organiques tels l'héxane, l'éther de pétrole (24).

IV.2.- EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATIL

L'extraction par solvant volatil se présente comme étant un transfert physico-chimique de matière, la séparation du solvant de l'extrait se fait par distillation (35).

IV. 2.1. - FACTEURS INFLUENCANT L'EXTRACTION

Le facteur le plus important pour réussir ce procédé réside dans le choix du solvant.

IV. 2. 1.1. - LES SOLVANTS:

Les propriétés souhaitées pour un solvant sont nombreuses et ne peuvent être toutes satisfaites. L'expérience nous a montré qu'un solvant répondant à toutes les propriétés n'existe pas.

Cependant en industrie on recherche un bon solvant, la définition de bon dépend de nos objectifs et de son application en industrie (Alimentaires détergents, huiles essentielles). (36)

Le solvant doit être:

a)- Sélectif vis-à-vis du produit à extraire; il sera plus économique d'employer un solvant qui n'extrait pas de produits indésirables qu'il va falloir supprimer plus tard par des moyens coûteux.

c)- à un point d'ébullition très bas, pour faciliter la récupération du solvant lors de la distillation (économie d'énergie).

c- est chimiquement inerte avec l'huile, (par exemple nous ne devons pas utiliser le trichloroéthylène qui réagit avec les protéines et donne des composés toxiques et qui a causé de nombreuses morts, et cela concerne presque tous les solvants halogénés)

d- n'est pas corrosif, car les solvants corrosifs solubilisent les ions métalliques, ce qui provoque la décoloration et désodorise les produits extraits.

e- à un prix relativement bas

f- Insoluble dans l'eau

g- Ininflammable, non toxique, stable (à la chaleur, lumière)

i- un point de fusion supérieur à zéro pour éviter les phénomènes de cristallisation intempestifs.

Comme nous l'avons signalé, il n'existe pas de solvant répondant à tous les critères mais pour un choix judicieux, on est amené à faire un compromis et les procédés actuels d'extraction n'utilisent que quelques solvants qui leur sont les mieux adaptés, tout en étant les plus économiques. On peut dire qu'actuellement l'éther de pétrole, l'héxane les pentanes, butanes, et propanes, le benzène et le toluène sont pratiquement les seuls utilisés dans le traitement des végétaux frais. L'alcool et l'acétone leurs sont adjoints pour la fabrication des résinoïdes.

Les propriétés physico-chimiques des solvants sont présentées dans le tableau 2. Ces propriétés sont très importantes dans le choix du solvant (37).

IV.2.1.2.- TENEUR EN HUMIDITE DE LA MATIERE PREMIERE

Il a été observé que le coefficient de diffusion diminuait avec l'augmentation de l'humidité, ceci s'explique par le fait que le solvant et l'eau soient insolubles donc le solvant ne peut pénétrer dans la cellule pour extraire les produits odorants. Mais on ne peut définir quantitativement l'influence de l'humidité (38).

IV/ 2.1.3.- EPAISSEUR DES PARTICULES

L'épaisseur des particules soumises à l'extraction à également une influence considérable sur la vitesse d'extraction plus cette épaisseur est faible, meilleure et plus rapide est la pénétration du solvant d'où accroissement de la vitesse d'extraction (38).

E. A. Johnson

TABLE I
Chemical and Physical Properties of Extraction Solvents

Solvent	Boiling point (C)	Latent heat of vaporization (cal/g)	Specific heat (cal/g C)	Specific gravity @ 20 C (g/cc)	Liquid viscosity @ 20 C (cp)	Surface tension (dyne/cm)	Dielectric constant	Flash point (C)	Explosive limits (% vol in air)	Water solubility @ 25 C (g/L)	Water azeotrope		TLV-TWA (ppm)
											Water (% wt)	Boiling pt. (C)	
Water	100.0	540.1	1.018	1.000	1.005	72.75	80.36	NF	NF	-	-	-	-
Petroleum fractions													
Gasoline	39-204			0.72-0.76				-45	1.3- 6.0				300
Petroleum ether	35-60			0.62-0.66				-40	1.4- 8.0				
Pentanes	32-37			0.62-0.63				-54					600
Methyl pentanes	56-62			0.65-0.67				-32					500
Hexanes	65-69			0.67-0.72	0.32			-22	1.1- 7.5				50
Heptanes	88-99			0.72-0.74	0.47			-5	1.2- 6.7		10.3	80-85	400
Cyclohexane	65-85												300
Alkanes													
n-Propane	-41.7	101.6	0.520 ^{bp}						2.4- 9.5				
n-Butane	0.5	92.2	0.550 ^{bp}						1.9- 8.5				800
n-Pentane	36.2	85.3	0.542	0.626	0.234	16.05	1.84	-49	1.4- 8.0	0.36			600
Isopentane	27.8	81.7	0.535	0.620	0.224	15.00	1.84	-5	1.4- 8.3	0.14			
n-Hexane	69.0	79.9	0.533	0.659	0.312	18.40	1.89	-23	1.2- 7.7	0.05	5.0		50
Isohexane	60.3	77.4	0.533	0.652	0.299	15.84		-7	1.2- 7.0	0.00			500
n-Heptane	98.4	75.5	0.528	0.684	0.417	20.14	1.92	-4	1.0- 7.0	0.05		79.4	400
Cycloparaffins													
Cyclopentane	49.5	92.9	0.438	0.751	0.438	22.42	1.97	-37	1.4- 8.4	0.00			600
Cyclohexane	80.7	77.2	0.433	0.778	0.977	24.98	2.02	-18		0.00			300
Aromatic Hydrocarbons													
Benzene	80.1	94.0	0.410	0.872	0.647	28.86	2.28	10	1.3- 7.9	0.02			10
Toluene	110.6	86.7	0.402	0.867	0.585	28.53	2.38	6	1.2- 7.1	0.47			100
Mixed xylenes	138.7	81.1	0.408		0.65	28.31	2.4	29	1.0- 5.3	0.00			100
Halogenated Hydrocarbons													
Dichloromethane	39.8	78.7	0.276	1.326	0.513	28.00	9.08	NF	NF	20.00	1.5	38.1	100
Ethyl chloride	12.3	92.5	0.370 ^{bp}	0.923 ^{bp}			6.29	-50	3.6-14.8				1000
Chloroform	61.2	59.0	0.234	1.477	0.562	27.10	4.81	NF	NF	0.00	2.8	56.1	10
Carbon tetrachloride	76.7	46.5	0.200	1.585	0.971	26.84	2.24	NF	NF	0.80	4.1	66.0	5
1,2-Dichloroethane	83.6	77.3	0.310	1.255	0.78	37.50	10.50	15	6.2-15.9	8.69	8.2	70.5	200
1,2-Dichloroethylene	60.3	73.0	0.270	1.282	0.467	28.00	9.20	14		0.00			200
1,1,1-Trichloroethane	74.1	68.7	0.240	1.324	0.858	25.12	7.50	NF	NF	0.00	4.3	65	350
1,2,2-Trichloroethylene	86.7	57.3	0.300	1.456	0.550	32.00	3.27	NF	NF	1.00	5.4	73	50
1,1,2,2-Tetrachloroethylene	121.0	50.1	0.210	1.618	0.90	29.3	2.20	NF	NF	0.00	15.9	87.8	50
1,2-Dichloropropane	95.9	72.2	0.310	1.157	0.865	31.40	8.93	21	3.1-14.5	2.7			75
n-Butyl bromide	101.4			1.274	1.274	7.07	24		2.6- 6.6	0.00			
1,1,2-Trichloro 1,2,2-trifluoroethane	47.6	35.1	0.213	1.574	0.694	19.0	2.44	NF	NF	0.27			1000
Alcohols													
Methanol	64.7	473	0.599	0.792	0.59	22.53	31.2	11	6.0-36.5	INF	NONE	NONE	200
Ethanol	78.3	204	0.61	0.785	1.22	22.1	25.7	12	3.3-19.0	INF	4	78.2	1000
n-Propanol	97.2	162.6	0.586	0.805	2.256	23.8	20.1	22	2.6-13.5	INF	29.1	87.7	200
Isopropanol	82.5	159.3	0.596	0.786	2.4	20.8	18.6	11.7	2.5-12.0	INF	12.3	80.4	400
n-Butanol	117.7	141.3	0.563	0.811	2.948	24.6	16.1	37	1.5-11.3	79	42.5	92.7	50
Isobutanol	107.9	138.0	0.716	0.803	6.68	22.8	17.7	28	1.7-10.9	95	33.0	89.8	50
Allyl alcohol	96.9	163.8	0.665	0.850	1.072	25.7	21.6	21	2.5-18.0	INF	27.7	88.9	2
Furfuryl alcohol	171			1.129				79	1.8-16.3	INF	43	94	5
Aldehydes													
Furfural	161.7	107.5	0.401	1.161	1.49	40.7	41.9	60	2.1-	83	35	97.9	2
Ketones													
Acetone	56.1	124.5	0.51	0.791	0.316	23.7	21.5	-16	2.2-13.0	INF	NONE	NONE	750
Methyl ethyl ketone	79.6	106.0	0.55	0.806	0.423	24.6	18.51	-4	2.0-10.2	353	11.3	73.4	200
Esters													
Methyl acetate	56.9	104.4		0.958	0.381	24.76	7.3	-10	3.1-16		3.5	56.4	200
Ethyl acetate	77.0	102.9		0.897	0.473	23.75	6.02	0	2.3-11.4		8.5	70.4	400
Ethers													
Ethyl ether	34.5	84.0	0.548	0.715	0.233	17.0	3.88	-40	2.3- 6.2	75	1.1	34.1	400
Isopropyl ether	68.4	68.2	0.526	0.722	0.379	32.0	2.21	-28	1.4-21	2	4.5	62.2	250
Dioxane	101.1	97.0		1.033	1.439	34.45	16.3	5	2.0-22.0	INF	18.4	87.8	25
Ethylene glycol monomethyl ether	124.2	129.6	0.534	0.966	1.53	30.8		43		INF	77.8	98.9	25
Ethylene glycol monoethyl ether	134.7		0.530	0.931	1.84	28.2		40	2.6-15.7	INF	71.2	99.4	
Amines													
Ethanolamine	172.2	197.1		1.018	24.1	48.3	5.3	90	1.7- 9.8	INF			3
Butylamine	77.0	104.8		0.741	0.68	24.0			1.2- 8.0	INF			5
Triethylamine	89.5			0.733		20.66	12.3		1.8-12.4	15	10	75	10
Pyridine	115.3	59.6		0.982	1.038	37.25		23		INF			5
Other solvents													
Carbon disulfide	46.5	84.1	0.24	1.263	0.363	32.25	2.64	-30	1.0-50.0	2.2	2.8	42.6	10
Solvent mixtures													
Hexane/acetic acid (96:4)	68												
Hexane/methanol (45:25)	51												
Hexane/ethanol (79:21)	58.6												
Hexane/isopropanol (77:23)	62.7												
Hexane/allyl alcohol (95:5)	65.5												
Aromatic hydrocarbon/ethanol (90:10)													
Ethanol/water (96:4)	78.2		0.598	0.805				18					
Isopropanol/water (87:12.3)	80.4	204.1	0.770	0.818	2.106	21.1	27.0	17					
Methanol/trichloroethylene (75:25)													
Ethanol/trichloroethylene (75:25)													
Acetone/water (90:10)	59												
Acetone/hexane/water (54:44:2)	49												

¹Data from references 57-64.

IV/ 2.1.4.- GRANULOMETRIE

La granulométrie de la matière première est très importante tout au moins dans les limites où le traitement mécanique affecte la structure même des cellules. (38)

IV/ 2.1.5.- TEMPERATURES

Il est bien évident que quel que soit le solvant utilisé la quantité totale extraite sera fonction de la température à laquelle l'opération sera effectuée, puisque la solubilité (du solvant et de l'eau) augmente avec la température, toutefois il faudra éviter les hautes températures" car il y a risque de dégradation d'huile (38).

IV/2.1.6.- TEMPS D'EXTRACTION

Dépend de la nature de la matière première et du type d'extracteur utilisé (statique, rotatif, continu, semi-continu, lit fluidisé...)(38).

IV/ 2.2. - MECANISME DE L'EXTRACTION

Nous avons en présence, d'une part, le solvant et d'autre part le solide qui est constitué par:

- Une partie solide non grasse
- Une matière extractible qui est surtout de l'huile
- de l'eau
- de l'air interstitiel(membrane) (35).

IV/ 2.2.1.- MODE DE RECUPERATION

Le mode de récupération d'huile essentielle à partir des cellules de la plante, peut s'effectuer de deux manières soit par osmose, soit par diffusion libre, selon le degré de division de la charge végétale.

.../...

En effet lorsque les cellules de la plante restent intactes, le phénomène d'osmose sera observé, par contre lorsque les parois cellulaires sont détruites, c'est la diffusion libre qui intervient .

L'osmose est un phénomène de diffusion entre deux solutions de concentration différente, a travers une membrane perméable ou semi-perméable. Le solvant passe de la solution la moins concentrée vers la plus concentrée. La substance dissoute suit le trajet inverse.

Dans le cas de l'osmose, la vitesse de récupération est très lente de sorte que le procédé de distillation est loin d'être économique.

Lorsque la charge végétale est préparée convenablement en brisant les parois cellulaires, les constituants de l'huile essentielle sont récupérés par diffusion libre, dans l'ordre de leur volatilité.

IV/. 2.2.2.- LA DIFFUSION

Lorsque le bois est immergé dans le solvant, le dernier pénètre dans les pores, dissout une partie de l'huile, et le liquide formé vient remplir l'espace interstitiel qui était occupé par l'air.

L'huile se dissout peu a peu dans le solvant qui devient une solution de plus en plus chargée en matière grasse(miscella).

A partir du moment ou le bois est immergé dans le solvant(continu ou non), les trois éléments, support inerte(bois), solvant et huile se comportent comme un mélange ternaire dont la composition variera jusqu'a ce qu'il y ait équilibre entre les phases dans les conditions de l'opération.

Au début du procédé, le solvant pur entre en contact avec le solide (c'est l'imbibition). Ensuite le solvant commence a dissoudre l'huile(c'est la dissolution). Cette dernière phase est basée sur les lois Thermodynamiques qui sont expliquées par Sédine et Hasegawa(37). La dissolution est un mélange de deux substances ce qui correspond à l'augmentation de leur désordre par conséquence on a une entropie positive.

.../...

IV/- 2.2.2.1. - LA DISSOLUTION

La dissolution est toujours accompagnée d'une énergie libre négative qui est donnée par l'équation de Gibbs.

La dissolution comporte 2 processus endothermiques et un processus exothermique. En premier, les molécules du soluté (soit solide ou liquide) se désunissent en molécules isolées, c'est le processus endothermique. Son énergie se nomme "Energie Latente", "chaleur de sublimation ou "chaleur de vaporisation", et elle est très petite quand les molécules du soluté sont non polaires.

L'énergie augmente avec l'augmentation de l'interaction intermoléculaire dans le solvant pur dans l'ordre suivant:

SOLVANTS NON-POLAIRES < SOLVANTS POLAIRES < SOLVANTS A PONT
HYDROGENE

L'énergie exigée est d'autant plus grande que la molécule du soluté est large ; ce qui rompt les liaisons intermoléculaires entre les molécules du solvant.

Dans le 3ème processus qui est exothermique, les molécules du soluté dispersées réagissent avec les molécules de solvant voisines, l'énergie dégagée augmente dans l'ordre de l'interaction soluté-Solvant dans l'ordre suivant:

SOLVANT ET SOLUTE SONT < L'UN POLAIRE < L'UTR SONT < MOLECULES
NON POLAIRES L'AUTRE NON-POLAIRE POLAIRES DU SONT
SOLVANT
PAR MOLECULE
DU SOLVANT

En général le principe de la dissolution des matières "quoi dissout quoi" (Un soluté non polaire est soluble dans solvant non-polaire, un soluté polaire est soluble dans un solvant polaire). Cependant certains solvants polaires peuvent dissoudre certains solutés non-polaires.

Cette phase est très rapide relativement à la durée du procédé entier de l'extraction et est négligée selon les lois de transfert de matière en phase liquide entre solution concentrée contenant l'huile et la masse du solvant"(37).

.../...

IV/. 2.2.2.2.- LA DIFFUSION

D.F. BOUCHER, J.C. BRIER et J.O. OSBURN(1942)(39) ont trouvé que l'extraction est une diffusion moléculaire propre où les coefficients de diffusion sont constants à une température donnée et indépendant de la concentration d'huile dans le solvant (quoique la différence de viscosibilité entre l'huile et le solvant soit importante)

La problématique de la diffusion a fait l'objet d'une littérature abondante souvent contraversée dans l'industrie. Les divergences de vue apparaissent au sujet de la validité des lois de FICK pour la diffusion dans les tissus végétaux inhomogénéisés (BRUENICHE - OLSEN 1962; OPLATKA et TEGZE; RATHJE 1961, 1962, 1964, 1965) ou pour les conditions aux limites lors de la résolution de ces équations(SCHLIEPHAKE ET WOLF- GENIE 1970) (35).

Le traitement théorique de la diffusion peut se faire pour un état non - stationnaire(celui de l'extraction solide-liquide en conditions techniques) ou pour un état stationnaire idéalisé .

Deux modes de réflexions se présentent:

- * Soit l'on considère le système sous l'angle de la diffusion pure et on adapte les lois y relatives aux conditions techniques(traitement mathématiques.
- * Soit l'on considère le système dans son ensemble et on développe un mode de représentation tenant compte du facteur diffusion (traitement graphique).

Les résolutions mathématiques pour l'état non stationnaire sont analytiques et s'appuient sur la deuxième Loi de FICK sous sa forme intégrée (35).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \right) \quad (1)A$$

C : Concentration

D : Coefficient de diffusion

: Gradient de concentration suivant le temps.

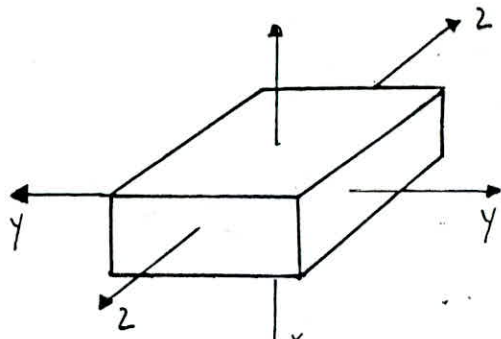
qui décrit le changement du champs des concentrations lors de la diffusion en fonction du temps et de l'espace.

Toutes les théories émises reposent cependant sur une formulation simplifiée de la seconde Loi de FICK (1).

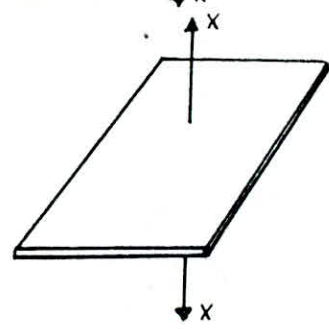
$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}$$

.../...

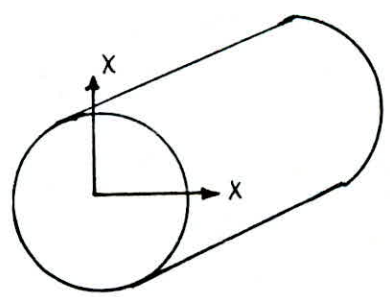
a) Diffusion tri-dimensionnelle



b) diffusion uni-dimensionnelle



c) diffusion bi-dimensionnelle



Représentation schématique de la diffusion dans l'espace

Pour une considération bi-dimensionnelle de la diffusion (TEGZE et TEGZE) dans une solide cylindrique infini (figure 1), l'équation (1) est simplifiée à deux directions et s'écrit en coordonnées polaires.

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial C}{\partial r} \right) \quad (3)$$

r 5: RAYON DU CYLINDRE

Les équations(2) et (3) doivent être adaptées a différentes conditions, entre autres aux variations de concentration de la phase liquide, au genres de courants, à la répartition inhomogène du soluté en phase solide.

La forme implicite des équations différentielles a favorisé le développement des méthodes graphiques.Elles permettent, en effet, de considérer la diffusion dans système a contre courant d'une manière globale est plus facilement accessible.

Les corrections impliquées par les conditions réelles ne sont souvent pas nécessaires, car la calculation graphique permet d'envisager un système réel. La résolution graphique de l'équation de FICK n'est donc pas a priori analytique. Elle peut l'être aux prix de complications égales a celles des résolutions mathématiques.

La calculation graphique envisage soit l'extraction solide liquide par diffusion continue, soit celle a étages.Dans ce dernier cas on admet généralement que, dans chaque étage, l'équilibre entre les concentrations des phases solides et liquides se réalise.On parle alors d'étage idéal. En pratique, cependant, les étages ne sont pas totalement efficaces. Cette efficacité dépend des temps de contact des phases, de la nature de la matière a extraire, de même que de la température. Il est donc nécessaire de réaliser la résolution graphique de l'équation de FICK non seulement en considérant un système réel, mais en utilisant des valeurs réelles.

.../...

Nous avons deux modes de diffusion; d'une part la diffusion dans le solide et d'autre part la diffusion dans la phase liquide et se laissant représenter par la théorie du film à double couche. Il existe, en effet, à la limite de deux faces une couche immobile ou tout au plus en écoulement laminaire parallèle à la surface de séparation des phases.

Cette couche, nommée couche limite, est séparée en deux parties d'épaisseur variable par une interface. (Figure 2).

A l'intérieur d'une couche limite, le gradient des concentration est considérée comme constant. Ainsi le gradient des concentrations du soluté "a" dans le solide "s" est donné par l'expression.

$$\frac{C_{as} - C_{asi}}{ds} \quad (4)$$

et celui dans la phase liquide "L" par l'expressions:

$$\frac{C_{ali} - C_{al}}{dl} \quad (5)$$

où "C" est la concentration du soluté dans le solide (C_{as}) et dans le liquide (C_{al}) et "Ci", la concentration respective. à l'interface.

Ces gradients de concentrations déterminent, avec les coefficients de diffusion, l'allure des transferts dans l'une ou l'autre phase. L'équation de FICK pour la diffusion dans le solide s'écrit alors:

$$\left(\frac{dc}{dt} \right)_s = D \cdot A \frac{C_{as} - C_{asi}}{ds} \quad (6)$$

et pour la diffusion dans le liquide:

$$\left(\frac{dc}{dt} \right)_L = D \cdot A \frac{C_{ali} - C_{al}}{dl} \quad (7)$$

Le gradient des concentrations ainsi déterminé est la différence des concentrations entre les deux solutions se trouvant de part et d'autre d'une certaine portion de phase (solide ou liquide) de surface.

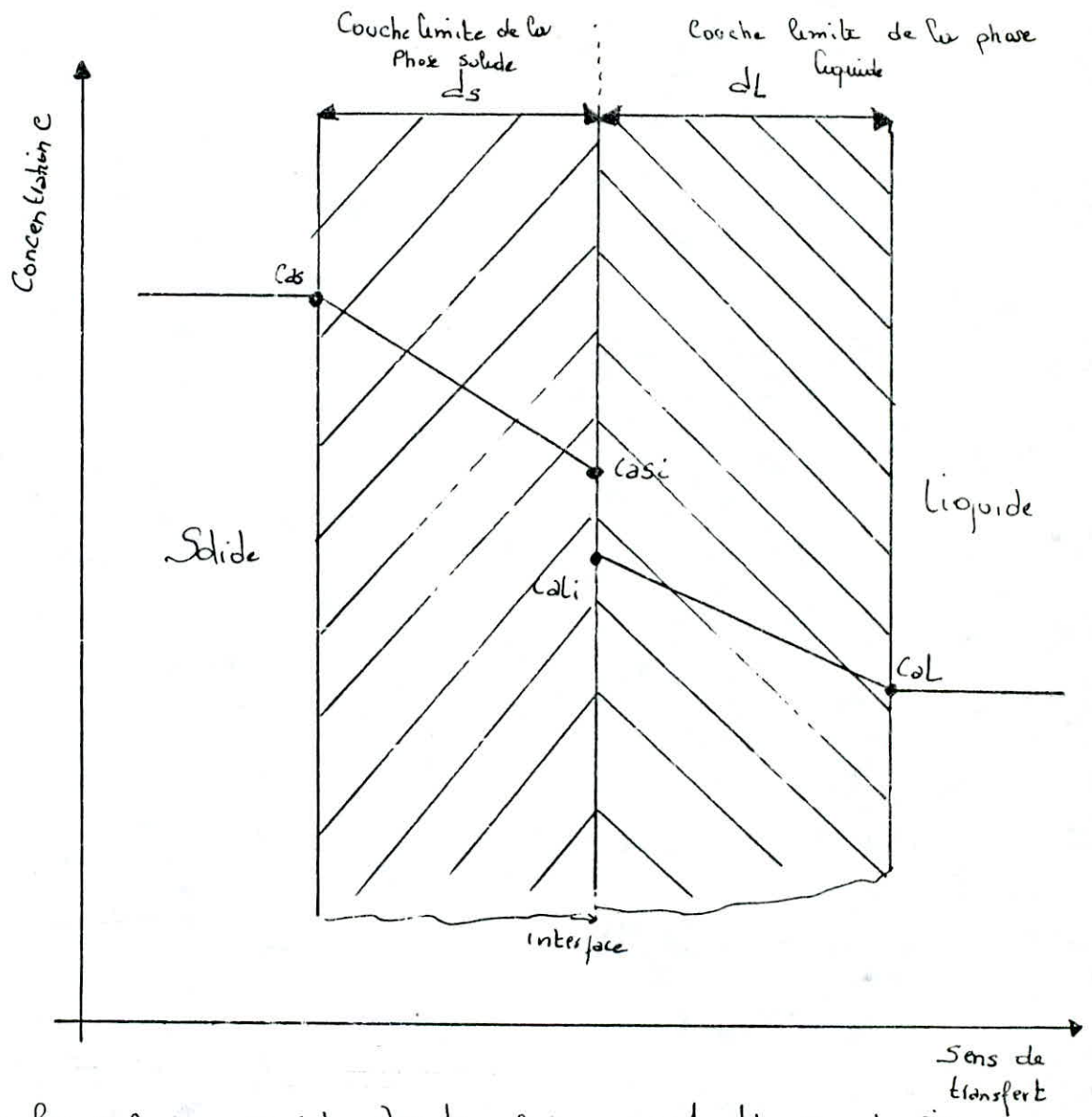


figure 2 : modèle des transferts par la théorie du film

- C_{as} : concentration du soluté dans le solide
- C_{asi} : concentration du soluté dans la phase solide à l'interface
- C_{ali} : concentration du soluté dans la phase liquide à l'interface
- C_{al} : concentration du soluté dans la phase liquide -

"A" et d'épaisseur "d", que l'on peut assimiler à un diaphragme. En régime stationnaire, il ne s'accumule pas de substances à l'interface. Donc:

$$\left(\frac{dc}{dt}\right)_s = \left(\frac{dc}{dt}\right)_L = \frac{dc}{dt} \quad (8)$$

Le transfert unidimensionnel prend la forme

$$\frac{dc}{dt} = D \cdot A \cdot \frac{dc}{dx} \quad (10)$$

par analogie au transfert de chaleur, on écrit:

$$\frac{dc}{dt} = B \cdot A \cdot \frac{dc}{d} \quad (11)$$

et pour l'état stationnaire:

$$\frac{dc}{dt} = B \cdot A \cdot \Delta c \quad (12)$$

ou "B" est un "coefficient de transfert" défini par

$$B = \frac{D}{d} \quad (13)$$

des équations (6) et (7), on déduit les courants de masse en phase solide et liquide par:

$$\dot{m}_s = \frac{dc}{dt} \cdot A = B_s (c_{s1} - c_{s0}) \quad (14)$$

respectivement

$$\dot{m}_L = B_L (c_{L1} - c_{L0}) \quad (15)$$

Comme l'interface n'offre pas de résistance aux transferts, puisqu'il ne s'y déroule pas de réaction chimique, les concentrations c_{s1} et c_{L1} sont en équilibre.

Le rapport entre ces concentrations est égal à une valeur "P" nommée coefficient de partage d'ou:

$$\frac{c_{s1}}{c_{L1}} = P \quad (16)$$

Cela signifie qu'une concentration en phase solide c_{s1} , correspond une concentration d'équilibre en phase liquide c_{L1}^* .

$$c_{s1} = P c_{L1}^* \quad (17)$$

De même, pour une concentration en phase liquide C_{al} , on trouve une concentration d'équilibre en phase solide C_{as}^* .

$$C_{al} = \frac{1}{P} C_{as}^* \quad (18)$$

Considérant les transferts sur la base des données de la phase liquide, l'équation (14) s'écrit:

$$\dot{m}^* = \beta_{sp} (C_{al}^* - C_{al}) \quad (19)$$

Le même courant de masse apparaissant en phase liquide, l'addition des équations (19 et (14) exprime l'efficacité du gradient total des concentrations.

$$\frac{\dot{m}^*}{\beta_{sp}} = C_{al}^* - C_{al} \quad (20)$$

$$\frac{\dot{m}^*}{\beta_L} = C_{al} - C_{al} \quad (21)$$

$$\dot{m}^* \left(\frac{1}{\beta_{sp}} + \frac{1}{\beta_L} \right) = C_{al}^* - C_{al} \quad (22)$$

en posant

$$\frac{1}{K_L} = \frac{1}{\beta_{sp}} + \frac{1}{\beta_L} \quad (23)$$

K_L : Coefficient global de transfert de matière dans la phase liquide.

L'équation (22) devient

$$\dot{m}^* = K_L (C_{al}^* - C_{al}) \quad (24)$$

De la même manière considérant les transferts de matières sur la base des données de la phase solide, l'équation (15) s'écrit.

$$\dot{m}^* = \beta_L \frac{1}{P} (C_{as,i} - C_{as}^*) \quad (25)$$

Par addition à l'équation (14) on obtient à nouveau le transfert

global:

$$\dot{m}^* \left(\frac{P}{\beta_L} + \frac{1}{\beta_{sp}} \right) = (C_{as} - C_{as}^*) \quad (26)$$

On pose
$$\frac{1}{K_s} = \frac{P}{\beta_L} + \frac{1}{\beta_S} \quad (27)$$

K_s : Coefficient de transfert de matière dans la phase solide

on a:
$$\dot{m}^* = K_s (C_{2S} - C_{2S}^*) \quad (28)$$

Sous la forme générale on écrit

$$\dot{m}^* = K \Delta C \quad (29)$$

L'équation (29) n'est autre que la première Loi de FICK, utilisée pour la calculation graphique de l'extraction solide- liquide continu.

**PARTIE
EXPERIMENTALE**

INTRODUCTION

Notre travail consiste à faire l'extraction des essences du bois de cèdre avec différentes fractions issues du naphta Algérien ; pour cela nous procédons d'abord à une distillation A.S.T.M. de la coupe naphta pour déterminer les fractions à isoler par T.B.P.

Avec ces fractions nous effectuons des extractions avec un appareillage appartenant à l'E.N.F.L.A. (Extracteurs statiques) Nous comparons les différents extraits avec celui obtenu avec l'héxane, et nous déterminons lequel des solvants se rapproche de l'héxane.

En dernier lieu nous réalisons un dispositif d'extraction en continu et nous déterminons l'effet de la température sur l'extraction.

EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATIL AVEC DIFFERENTES
COUPES DE NAPHTA

I /- PROVENANCE DE LA MATIERE VEGETALE

Le bois de cèdre provient de la station de ~~Chr~~éa (Wilaya de Blida). Le bois est issu d'un arbre âgé d'environ 53 ans et possède les caractéristiques suivantes.

- Circonférence: 35 a 40 cm
- Altitude : 1500 m
- Densité 50 arbres à l'hectare.

II/- APPAREILLAGE

L'appareillage sur lequel nous avons travaillé a été emprunté a l'unité de production des essences de plantes à parfums de la Chiffa (ENAFIA).

Cet appareillage comporte 3 éléments principaux (Figure 3).

II.1/- A L A M B I C

Il comprend deux parties importantes:

- Une partie cylindrique en cuivre assez épais appelé ~~le~~ ^{le} alambic
- Une partie conique appelée chapiteau, munie de vis papillons et de ressorts afin d'assurer l'étanchéité et déviter les fuites éventuelles.

Celui-ci est prolongé à sa partie supérieure par une conduite cylindrique appelé ~~le~~ ^{le} col de cygne dans lequel passe le mélange de vapeur d'eau -solvant et raccordé au condenseur. Le fond de la Cucurbite est légèrement sphérique et se termine par un robinet permettant la récupération du solvant chargé d'huile

.../...

- 1. Cucurbite
- 2. Chapeau
- 3. Condenseur
- 4. Vanne de récupération du miscella (Solvant + huile)
- 6. Joint
- 5. Entrée de la vapeur

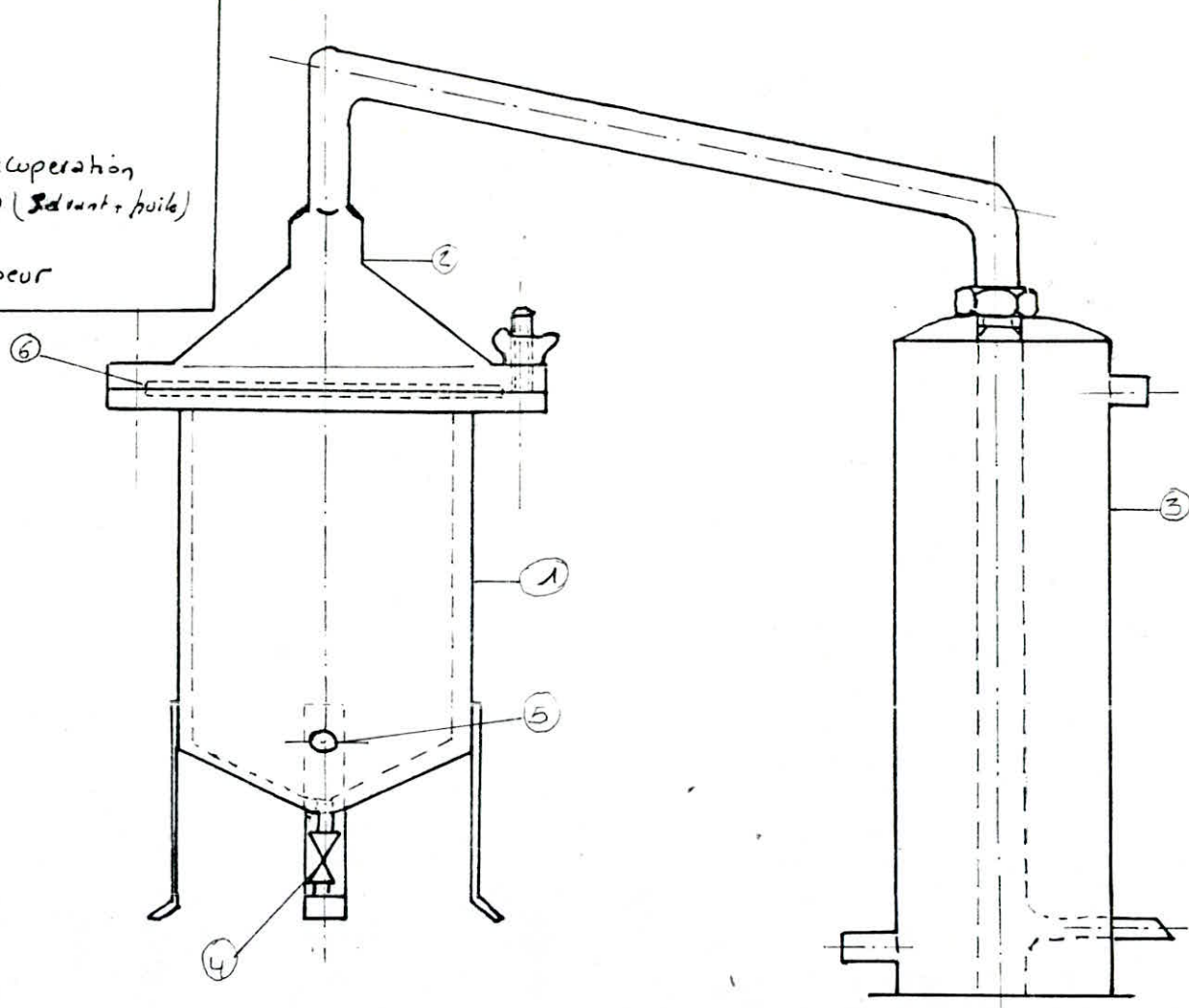


Figure 3 :

Extracteur statique

II. 2/- CONDENSEUR

C'est un récipient en cuivre de forme cylindrique. traversé par une conduite dans laquelle sont condensées les vapeurs d'eau chargées de solvant et s'adaptant au Col de Cygne de l'Alambic. Ce récipient comporte à sa partie supérieure une entrée d'eau de refroidissement et a sa partie inférieure une sortie d'eau de refroidissement avec sortie permettant la récupération du mélange solvant eau .

II. 3/- SOURCE DE VAPEUR

Les vapeurs servant à récupérer le solvant proviennent d'une chaudière de forme parallélépipédique recouverte d'amiante munie d'une entrée et d'une sortie d'eau, d'un indicateur de niveau, de 4 feux, d'une soupape de sécurité.

III./- MODE OPERATOIRE

III.1/- EXTRACTION A FROID

Le bois a été réduit en sciure, ensuite la matière végétal est pesée et répartie uniformément sur le support pour une bonne infiltration du solvant et afin d'éviter les chemins préférentiels créés par la vapeur lors de la récupération du solvant qui adhère a la surface du végétal .

-Nous vérifions alors que le robinet de vidange et la vanne permettant l'entrée de la vapeur d'eau dans la cucurbite sont bien fermés.

-Nous procédons au remplissage de la cucurbite par le solvant jusqu'à ce que toute la matière végétale y baigne.

-Nous fermons alors celle-ci à l'aide du chapiteau et col de cygne adapté au condenseur.

- Une fois le temps d'extraction écoulé, nous récupérons le solvant chargé d'huile par le robinet de vidange de la cucurbite.

.../...

-Nous ouvrons les vannes de la cucurbite et celle de la chaudière pour permettre le passage de la vapeur d'eau.

-La vapeur pénétrant par la partie inférieure de la cucurbite monte à travers la matière végétal en se chargeant de solvant.

Le mélange de vapeur (eau-solvant) est ensuite condensé et récupéré dans une éprouvette graduée.

Lors de la récupération du solvant par la vapeur d'eau, nous observons la formation de deux phases dans l'éprouvette graduée, nous arrêtons le passage de la vapeur, lorsque le volume de solvant surnageant la phase aqueuse reste constant .

III.2 /- RECUPERATION DU SOLVANT:

Nous utilisons l'appareillage de la figure (4) nous portons à ébullition le mélange essence-solvant. Le dernier étant plus léger, ses vapeurs montent le long de la colonne de vigreux, se condensent et sont récupérées dans le ballon de recette.

Etant donnée qu'un chauffage à une température élevée peut nuire à la qualité de l'essence, nous réduisons celle-ci en utilisant un appareil de type " ROTAVAPEUR" (Figure 5) auquel est adapté une pompe qui permet de faire le vide et par conséquent de réduire la température d'ébullition du solvant qui sera ainsi récupéré.

IV/- RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV.1/- FRACITIONNEMENT DE LA COUPE NAPHTA

Nous disposons d'une coupe de naphta issue de pétrole Algérien; ramené de la Raffinerie d'Alger. Pour déterminer les fractions nécessaires aux manipulations d'extractions nous allons faire une distillation A.S.T.M. (Figure 6).

Les résultats de l'A.S.T.M. sont données par le tableau 3 nous traçons $V (\%) = f(T)$ (graphe 1), le choix des fractions a été fait de façon à avoir la même quantité de solvant pour chaque essai.

Après avoir déterminé les coupes, nous procédons à la distillation T.B.P. (Figure 7) pour récupérer celles-ci.

Les différentes coupes avec quelques unes de leurs propriétés physiques sont données par le tableau 4.

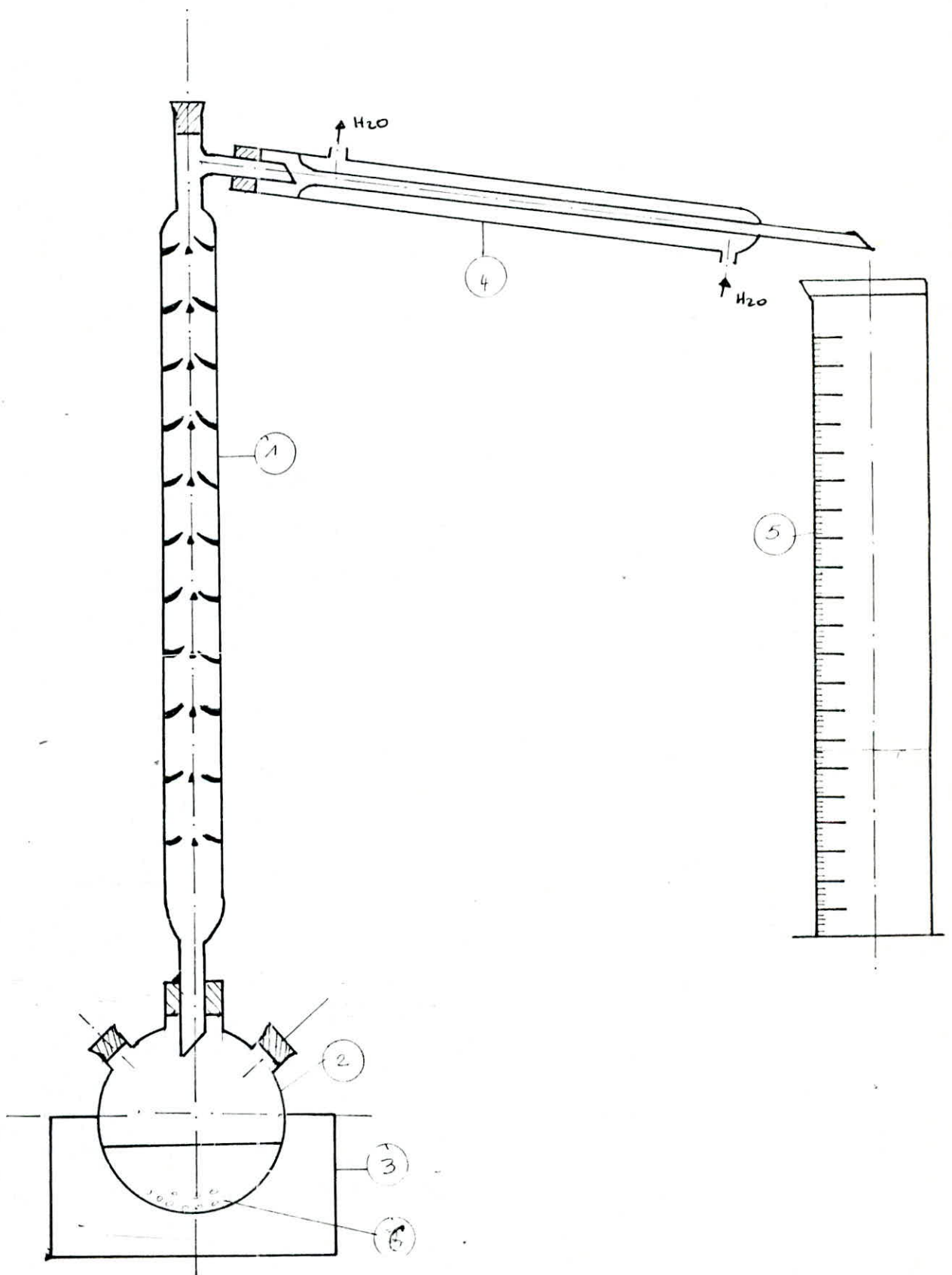


Figure 4 : Récupération du solvant

Legende

1. Colonne de Vigreux
2. ballon tri-col.
3. Chauffe ballon
4. Réfrigérant
5. éprouvette gradué
6. pierres ponce

1. réfrigérant
2. moteur
3. ballon de la charge
4. bain d'huile
5. ballon de recette
6. vanne d'aspiration d'air

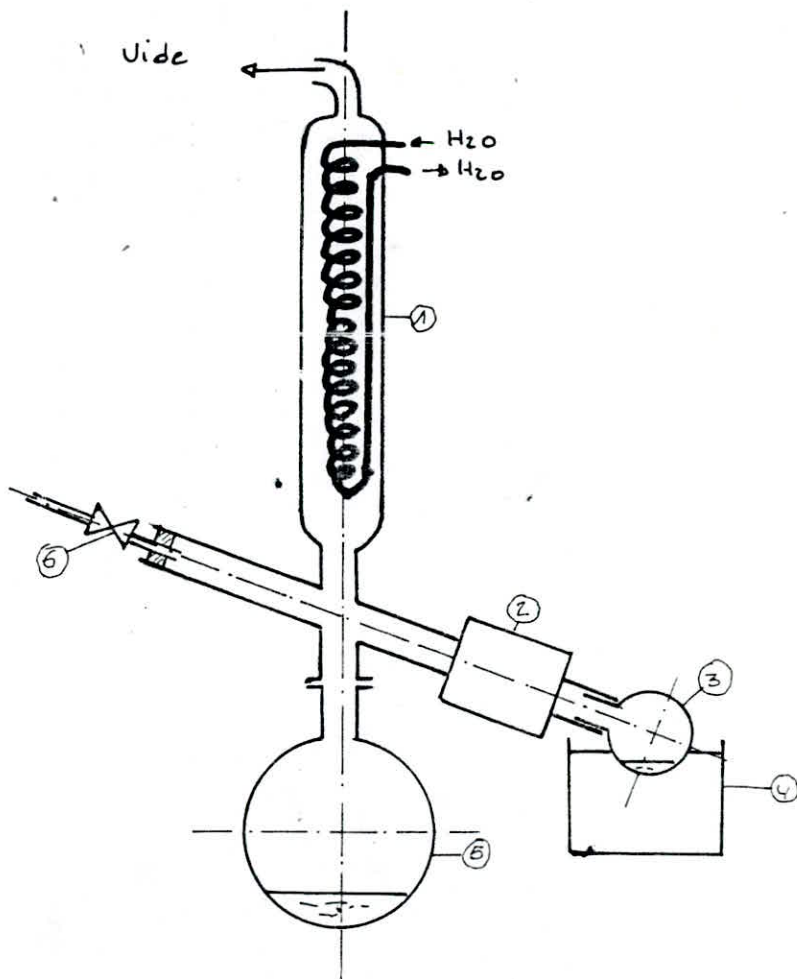
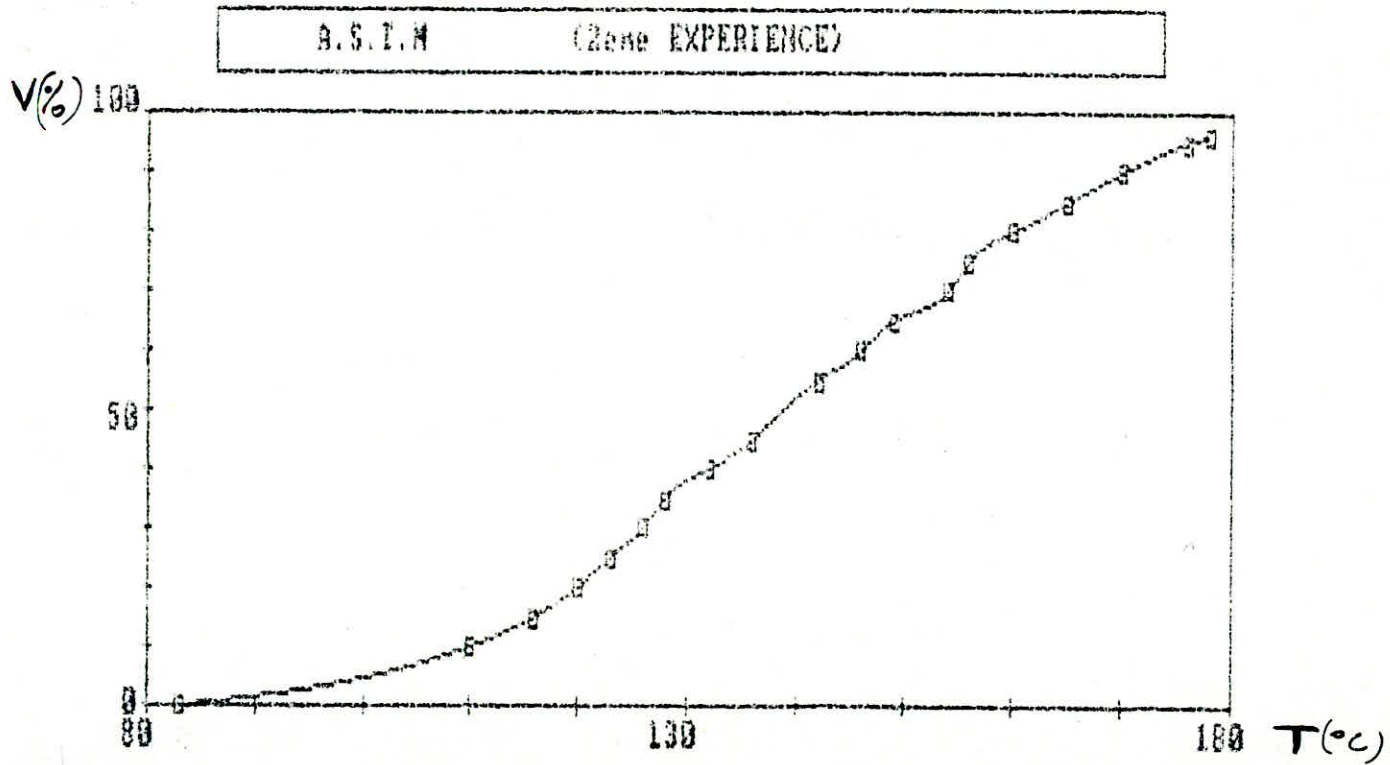


figure 5

Rotavapor



schema 1

T(°C)	83	110	116	120	123	126	128	132	136
v(%)	0	10	15	20	25	30	35	40	45

T(°C)	138	142	146	149	154	156	160	165	170
v(%)	50	55	60	65	70	75	80	85	90

T(°C)	176	178
v(%)	95	96

Tableau 3: Distillation A.S.T.M de la coupe
Naphta

Coupe	Naphta	1 ^{re} coupe [83-117]	2 ^{de} coupe [117-126]	3 ^{de} coupe [126-137]	4 ^{de} coupe [137-146]	5 ^{de} coupe [146-157]	6 ^{de} coupe [157-178]
ρ_{4}^{20}	0,744	0,707	0,724	0,733	0,751	0,765	0,771
η^{20}	1,4172	1,3982	1,4048	1,4084	1,4148	1,4226	1,4322
P.A	53	71	63	54	50	47,5	47
pt de congelation	-7,2	-4,6	-7	-9	-13	-	-

Tableau 4: Differentes Caracteristiques des Coupes

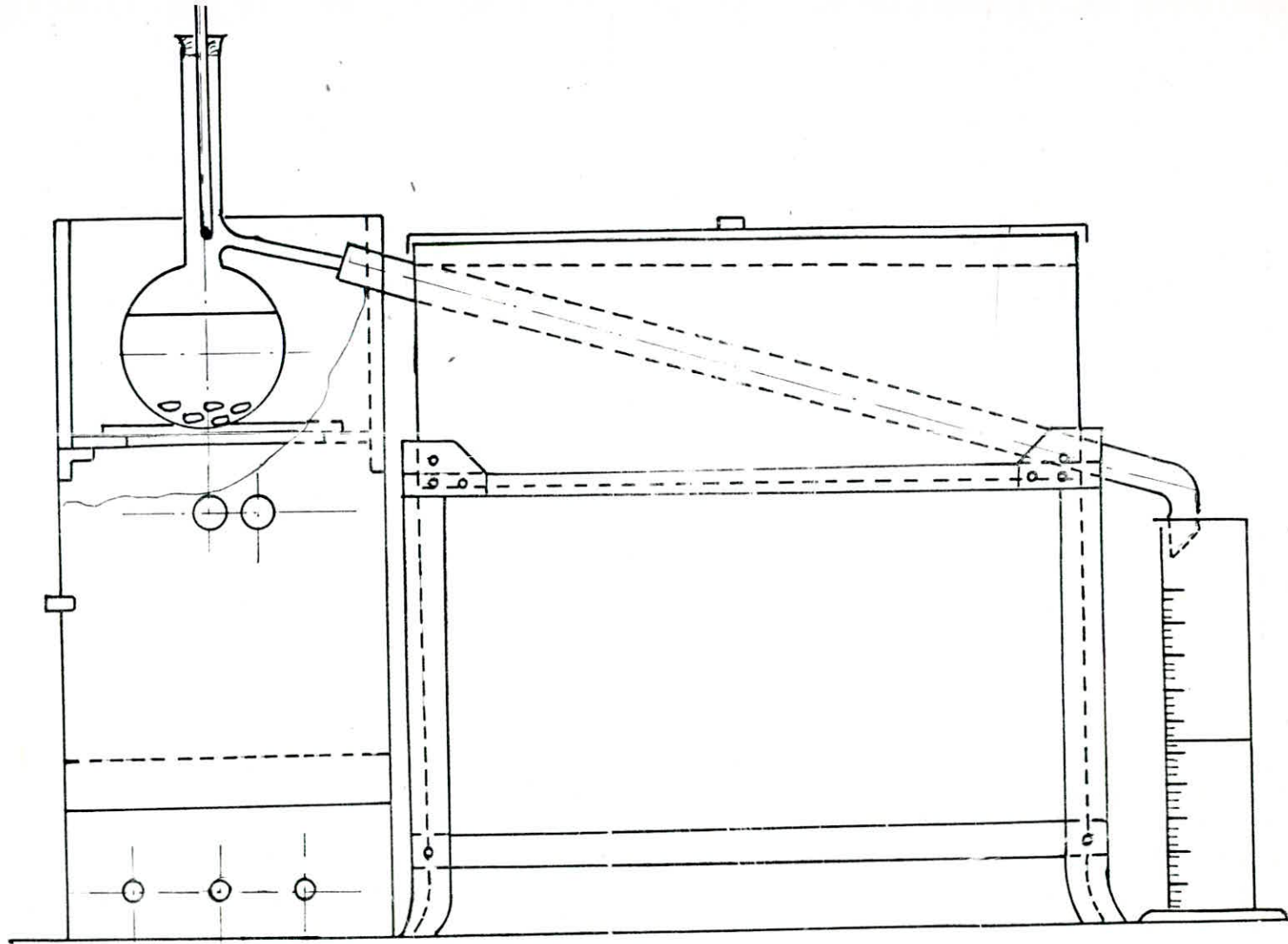


Figure 6 Distillation A.S.T.M

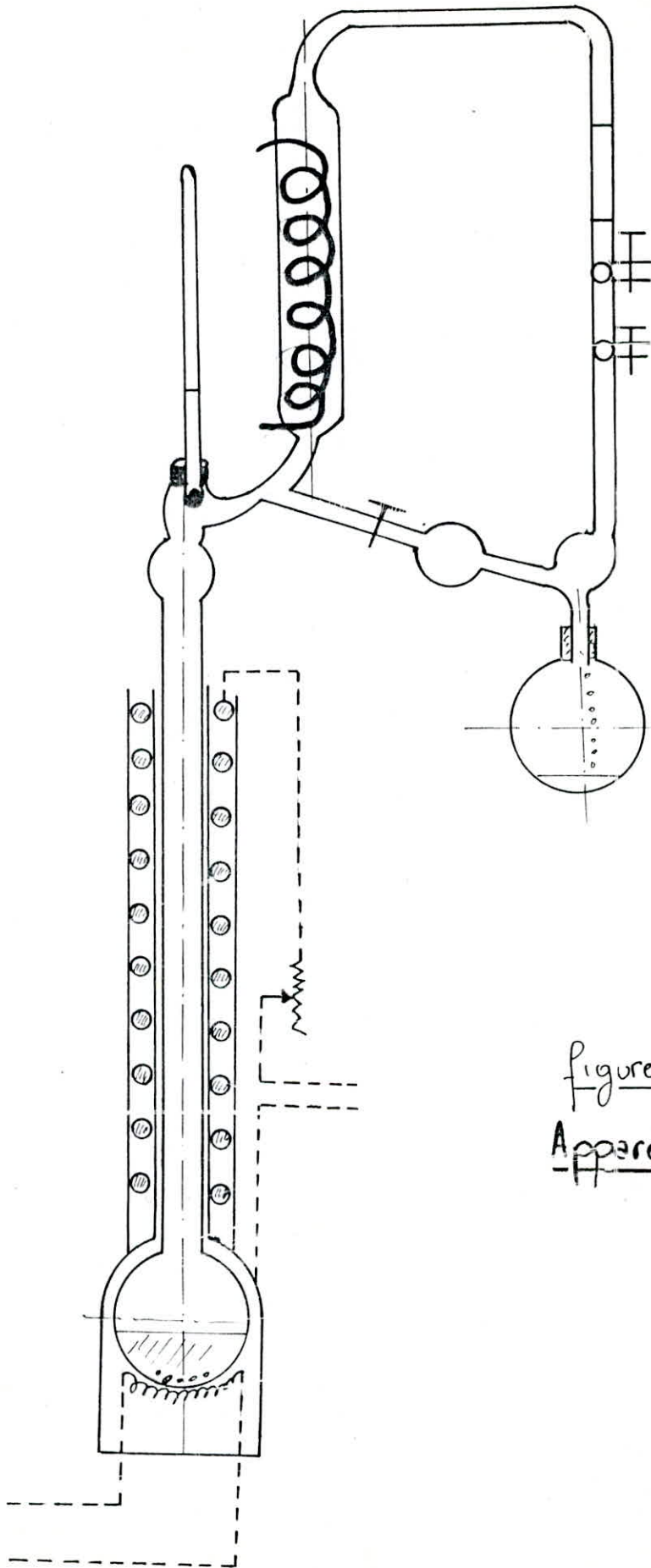


Figure: 72
Appareil de T.B.P

IV.2/- EXTRACTION DE RESINOIDE DU BOIS DE CEDRE

Se basant sur les travaux antérieurs sur le bois de cèdre notamment ceux de Melle BOUAICHA (40), de Mr. HADJ Saïd (41); et de Melle BENYAHYA (42), nous avons opté pour les conditions opératoires optimales suivantes:

Temps d'extraction : 3 heures

Rapport charge solvant: 50 g de matière pour 1 l de solvant.

Avant de procéder aux extractions, nous prenons le taux de l'humidité de la plante avec l'appareil de Dean et Starck, nous avons trouvé une humidité relative de 12,48%.

En plus des fractions obtenues nous avons deux coupes d'éther de pétrole étranger avec lesquelles nous allons effectuer des extractions.

Les résultats des expériences sont données dans le tableau 5.

D'après ce tableau on voit que le meilleur rendement est celui donné par la coupe (65.95) et aussi l'héxane; la différence qui existe entre eux est minimale et l'erreur peut être due soit aux pesées soit aux lectures sur les chromatogrammes car étant donné que le domaine d'ébullition des solvant se situe entre 40° C et 178°C, le solvant n'est que partiellement éliminé et surtout dans les fractions lourdes.

Calculons par chaque coupe le % de paraffine pour pouvoir interpréter les résultats, mais avant caractérisons les coupes (40-60) et (65.95) -

COUPE (40-60)

d = 0,681
D = 1,3843
PA = 83

COUPE (65.95)

d = 0,703
D = 1,3936
PA = 80

.../...

Les résultats sont données dans le tableau 6.

Le calcul s'est fait avec la méthode n d p à qui donne:

$$\% \text{ Aromatique} = 1039,4 * D - 470,4 * d - 9315 * PA - 1094,3$$

$$\% \text{ Naphténiques} = - 1573,3 * D + 840,15 * d - 4,4619 * PA + 1662,2$$

$$\% \text{ Paraffines} = 100 - (\% \text{ Aro} + \% \text{ Naph}).$$

En examinant le tableau 5, nous voyons que le meilleur rendement est celui donné par la coupe -(65.95) qui est proche du rendement obtenu avec l'héxane et cela s'explique en voyant son pourcentage en paraffines (tableau 6) On voit qu'il est élevé. Cette coupe contient en plus de l'héxane des paraffines plus lourdes qui arrivent à extraire des produits lourds du bois en plus des produits volatils extraits par les paraffines tels que l'héxane.

Tandis que la coupe (40-60) qui a un pourcentage de paraffine le plus élevé n'arrive à extraire que les produits volatils du bois car les paraffines sont légères (généralement du pentane). Contrairement aux coupes lourdes qui n'arrivent pas à extraire entièrement les volatils.

IV. 3 /- PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES

IV.3.1./- DENSITE : NF T.75-111 (43).

La densité relative d'une huile essentielle et le rapport de la masse d'un certain volume d'huile essentielle, à la masse d'un égal volume d'eau distillée.

A l'aide d'un pycnomètre, pesées successives de volumes égaux d'huile essentielle et d'eau à la température de 20°C.

IV.3.2./- INDICE DE REFRACTION: NF T 75-112 (43)

L'indice de refraction d'une huile essentielle est le rapport entre le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.

.../...

Coupe	hexane	[40-60]	[65-95]	naphtha	[83-117]	[117-126]	[126-137]	[137-146]	146-157	[157-178]
masse (g)	1,4693	0,3717	1,4706	0,4472	0,4201	0,3502	0,2718	0,2162	0,1808	0,1103
R% matière humide	2,9386	0,7433	2,9412	0,8914	0,8401	0,7001	0,5436	0,4324	0,3616	0,2206
R% matière sèche	3,3576	0,8493	3,3606	1,0254	0,9599	0,7991	0,6212	0,4941	0,4132	0,2521

Tableau 5: Différents rendements des extraits obtenus avec
Différentes coupes issues du naphtha

Coupe	[40-60]	[65-95]	naphtha	[83-117]	[117-126]	[126-137]	[137-146]	[146-157]	[157-178]
% Par	81,91	76,68	54,82	72,35	63,37	54,97	48,62	45,67	48,19

Tableau 6: Pourcentage de paraffines dans chaque coupe

La température de référence est 20°C, sauf pour les huiles qui ne sont pas à l'état liquide à cette température. Dans ce cas on adopte les températures de 25°C ou de 30°C suivant les points de fusion des huiles essentielles considérées.

Suivant le type d'appareil utilisé, soit mesurage direct de l'angle de réfraction, soit observation de la limite de réflexion totale, l'huile était maintenue dans des conditions d'isotropisme.

L'indice de réfraction, n_D , à la température de référence t , est donné par la formule.

$$n_D^t = n_D^{t'} + 0,0004(t' - t)$$

ou:

n_D^t est la valeur de la lecture, obtenue à la température t' , à laquelle a été effectuée la détermination.

IV.3.3./- INDICE D'ACIDE: NF T.75 - 103 (43)

L'indice d'acide, I.A est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (koh) nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1 g d'huile essentielle.

L'indice d'acide (IA) est donné par la formule.

$$IA = \frac{5,6V}{M}$$

V: Volume, en ml de la solution de 1N koh utilisée
M: est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

IV.3.4./- INDICE D'ESTER: NF T.75.104 (43)

L'indice d'ester, I.E est le nombre de mg de koh nécessaire à la neutralisation des acides libérés par hydrolyse des esters contenus dans un g d'huile essentielle.

L'indice d'ester (IE) est donné par la formule.

$$I.E = \frac{28,05}{M} (V_0 - V_1) - IA$$

V₀: Volume en ml de la solution d'acide chloridrique 0,5 N utilisé pour l'essai à blanc.

V₁: volume en ml de la solution d'acide chloridrique utilisée pour la détermination.

m: masse en g de la prise d'essai.

IA: Indice d'acide.

IV.3.5.- POUVOIR ROTATOIRE NF T.75-113 (43)

1. Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle est l'angle exprimé en milliradians degrés d'angle , dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde $589,3\text{nm} \pm 0,3 \text{ n.m}$, correspondant aux raies du sodium lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100 mm de l'huile essentielle dans des conditions déterminées de température. Si le mesurage est effectué sur une épaisseur différente, la valeur de α_D^t doit être ramenée par le calcul, à une épaisseur de 100mm.

2. Le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle en solution (appelé aussi pouvoir spécifique apparent) est le quotient du pouvoir rotatoire de la solution d'huile essentielle par la masse d'huile essentielle.

$$[\alpha] = \frac{\alpha_D^t}{c}$$

α_D^t Pouvoir rotatoire de la solution d'huile essentielle.

C: Concentration de la solution d'huile essentielle exprimée en g d'huile essentielle par ml de solution.

Les propriétés Physico-Chimiques des essences obtenus avec différents solvants sont résumées dans le tableau .7.

.../...

Propriétés physico-chimiques des extraits obtenus

Coupe	[40-60]	[65-95]	naphtha	[83-117]	[117-126]	[126-137]	[137-146]	[146-157]	[157-178]	hexane
Densité	0,915	0,904	0,844	0,853	0,841	0,850	0,840	0,865	0,876	0,913
n_D	1,5041	1,4968	1,4764	1,4781	1,4761	1,4779	1,4758	1,4801	1,4823	1,5037
α_D^{20}	35	39	41	40	43	40	36	43	43	43
I.A	2	1,3	0,7	2,3	2,3	2	1,7	2,3	2,1	1,6
I.E	21	23	30	33	29	34	27	32	34	34

Tableau 7

Note : le pouvoir rotatoire est pris dans le cely.

En consultant le tableau 7, on voit que les propriétés physiques sont différentes de celles de l'héxane et ce a cause de la quantité de solvant non vaporisée qui se trouve dans chaque essence, qui a pour conséquence de faire ces propriétés physiques (densité et indice de réfraction), tandis que pour les propriétés chimiques (indice d'acide, et indice d'ester), ces valeurs sont différentes de celles de l'héxane mais restent acceptable selon la norme Afnor car celle-ci accepte une différence de 0,6 pour l'indice d'acide et 9 pour l'indice d'ester, n'en reste pas moins que ne nous pouvons pas comparer ces valeurs a la théorie car le mode d'obtention est différent d'une part et la norme Afnor ne donne que les valeurs pour le cèdre de Virginie et le cèdre du Texas.

IV. 4 - ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE: (44)

En général, une analyse chimique répond a deux objectifs:

- Découvrir de quels éléments se compose l'échantillon.
- Mesurer la concentration de l'un ou l'autre d'éléments composant l'échantillon.

Pour cela, les techniques chromatographiques se placent maintenant parmi les méthodes les plus importantes utilisées pour l'analyse des matières organiques.

C'est la chromatographie, en phase gazeuse, qui a fourni les meilleures résultats pour la connaissance des arômes dans le sens le plus large. Elle est basée sur la distribution d'un soluté entre deux phases:

- Une phase stationnaire.
- Une phase mobile gaz secteur inerte.

IV.4.4.1.- PRINCIPE

La chromatographie est la méthode d'analyse immédiate basée sur les différences d'affinité que peuvent présenter deux ou plusieurs composés pour deux phases différentes: l'une fixe et l'autre mobile. Dans le cas de la chromatographie d'adsorption gaz-solide; la phase mobile est un gaz alors que la phase fixe est constituée d'un absorbant solide.

La partie essentielle du chromatographe est la colonne. Un soluté quelconque introduit en tête de colonne (au niveau de l'injecteur) sera poussé par le gaz vecteur et il s'établira en chaque point un équilibre entre la quantité de soluté contenu dans la phase mobile et celle contenue dans la phase stationnaire on détermine ainsi le coefficient de partage K.

$$K = \frac{\text{Poids du soluté par unité de volume de phase fixe}}{\text{Poids de soluté par unité de volume de phase mobile.}}$$

Ce principe concerne la chromatographie de partage gaz-liquide. Dans le cas de la chromatographie d'adsorption gaz-solide, la phase mobile est toujours un gaz, alors que la phase fixe est constituée d'un absorbant solide.

A la sortie de la colonne est placé un détecteur qui permet d'enregistrer la variation de la concentration du soluté dans le gaz vecteur en fonction du temps. Au niveau du détecteur, l'échantillon est transformé en signal électrique dont l'intensité sera mesurée sur un enregistreur.

IV.4.2/- APPROCHE ANALYTIQUE DE L'ESSENCE DU BOIS DE CEDRE

L'appareillage utilisé est:

- Chromatographe type Pye- Unicam Série 304
- Enregistreur et intégrateur électronique type Pye-Unicum 4810, computing integrator philips.
- Colonne capillaire PEG 20m.
- Détecteur à ionisation de flamme FID.
- Conditions opératoires appliquées sur la capillaire PEG 20 M.
- Programmation de température: 75% pendant 5mm puis une rampe de 3% /mm jusqu'à 200°C.
- Température du détecteur : 300°C
- Température d'injecteur: 200°C
- Atténuation: 64
- Volume injecté: 0,1 YL
- Vitesse de papier: 0,5 mm/mm
- Débit d'azote: 30 ml/mm.

Nous remarquons d'après le tableau 8 que seul la coupe(65.95) arrive à extraire les mêmes constituants que ceux extraits avec l'héxane dans des proportions différentes. C'est tout à fait normale qu'il y ait les mêmes constituants car la coupe(65.95) contient de l'héxane-(pt de l'héxane est de 69°C).

En conclusion nous pouvons dire que seule la coupe étrangère (65.95) donne satisfaction c'est-à-dire qu'elle peut remplacer l'héxane dans nos extractions, comme c'est un produit étranger, il coûte donc aussi cher que l'héxane. Il faudrait tester d'autres fractions pétrolières des coupes naphta plus légères qui contiendraient de l'héxane technique (Ether de pétrole coupe (60.80) par exemple) car la coupe qu'on nous a livré (78.178) est trop lourde pour être adaptée aux extractions.

.../...

teneur relative des Constituants											
Constituants	TR	hexane	[40-60]	[65-95]	naphtha	[83-117]	[117-126]	[126-137]	[137-146]	[146-157]	[157-178]
Linanol	9,63	0,015	-	0,086	0,206	-	0,198	0,286	0,424	0,788	0,0478
1	10,03	1,357	2,418	0,344	0,007	1,94	-	0,424	0,134	-	-
Cédrene	10,72	0,126	1,547	1,378	0,089	0,299	-	1,206	0,453	0,333	0,339
2	11,38	1,554	3,609	-	0,123	2,056	3,886	-	-	0,0044	-
3	12,2	1,606	0,281	0,209	3,131	1,692	-	-	-	0,074	-
4	16,31	2,355	0,210	0,922	3,861	-	-	0,024	-	0,026	-
5	16,47	1,780	0,632	0,998	1,500	-	-	0,619	0,587	-	-
Cérol	17,36	1,432	0,023	0,96	1,925	1,724	0,396	0,670	0,623	0,835	0,0043
6	21,15	24,431	0,093	0,715	0,212	9,203	0,278	0,214	0,571	0,0782	-
7	23,19	2,303	-	0,204	0,082	0,133	17,51	0,0159	0,08	-	-
8	24,17	3,096	-	13,554	0,178	0,116	0,040	-	0,0462	0,369	-
9	27,03	3,616	-	1,778	0,027	0,099	1,269	-	-	-	-
10	30,89	19,909	-	0,640	0,411	0,332	0,040	1,392	0,764	5,059	-
11	33,70	1,139	-	0,0210	0,116	-	-	1,354	0,319	0,03	-
autres	-	1,9800	4,7760	11,4200	2,7270	12,5640	3,5190	8,9761	19,8238	15,5094	15,6089

Tableau 8: Constituants de la résine extraite du bois de cèdre pour différents solvants.

INTRODUCTION

Pour concevoir un extracteur, 2 cas se présentent

- (1)- Faire des calculs sur les équilibres solide-liquide, de transfert de matière, et de chaleur pour extraire un produit donné.
- (2)- Réaliser l'extracteur puis le modéliser pour un produit donné.

Nous avons opté pour ce second point, étant donné qu'il est plus simple à réaliser, suite aux deux publications de M.E. GULBARAN et N RENDA (45) (Université d'ANKARA TURQUIE) et aux travaux du Magistère de Mr. BENYOUSSEF en cours(ENP).

I/- LES EXTRACTEURS:

I.1- EXTRACTEURS STATIQUES:

Les appareils dans lesquels les matières à extraire sont immobiles et submergées d'un solvant. Les premiers extracteurs utilisés dans la production des concretes ont été des appareils statiques. Ces derniers bénéficient d'une construction simple et généralement constituées par une enveloppe cylindrique terminée par deux calottes bombées. Le cylindre étant placé verticalement, la partie supérieure est un couvercle à charnière. La fermeture se fait sur un joint plastique, placé dans une gorge, au moyen de boulons articulés.

On charge la matière à extraire soit par points cylindriques en tôle perforée, soit dans un jeu de 2 à 10 paniers étagés.

Les extracteurs statiques sont appropriés au traitement des matières fragiles que la rotation de l'extracteur mobile modifierait dans leurs structure.

I.2- EXTRACTEURS ROTATIFS:

Les appareils dans lesquels les matières à extraire sont en mouvement et viennent tremper périodiquement dans une quantité de solvant proportionnellement inférieure à celle qui est mise en oeuvre, dans les appareils statiques. Ce sont les extracteurs mobiles. L'appareillage consiste en un tambour tournant autour d'un axe horizontal en fer blanc. L'intérieur est divisé en quatre compartiments dans lesquels les fleurs se déplacent et plongent dans le solvant.

Lorsque le compartiment effectue un mouvement de rotation ascendant, le liquide passe à travers les perforations et s'égoutte vers le fond du tambour. (22).

II. - DESCRIPTION DE L'EXTRACTEUR DE GULBARAN

Cet extracteur a été réalisé au département du genre chimique de l'E.N.P/; il comporte essentiellement.

- Une colonne en verre a double paroi (figure 84) permettant la circulation de l'eau chaude.
- Un bain thermostaté
- Un support (Figure 9).
- Un robinet de réglage du débit (Figure 10)
- Une colonne de vigreux
- Un réfrigérant
- Un ballon a tri-cols et chauffe ballon.
- La colonne est rattachée au robinet (10) par 2 brides (12)

III. - MODE OPERATOIRE

Le montage est représenté sur la figure (11). Nous utilisons le même bois que pour l'extraction statique, c'est à dire réduit en ^{sa} sature.

Nous devissons les boulons (12), on introduit entre le robinet (9) et la colonne (1), le support (2) puis on visse les boulons des brides (11) du haut de la colonne (1), on introduit des anneaux rachis (pour éviter le colmatage du bois sur le support) puis on introduit la matière végétale par le haut de la colonne.

On commence a remplir la colonne avec le solvant (coupe 65.95)
On ouvre le robinet (3) et la vanne (7)

On la remplit jusqu'a a ce que cela commence a couler dans le ballon (8) ^{on} refermé la vanne (7), puis on remplit la colonne jusqu'à ce que la matière végétale baigne dans le solvant.

on remplit le ballon d'un volume connu.

On branche le bain (relié à la colonne) on branche le chauffe ballon.

Dès que la 1ère goutte est distillés , on ouvre la vanne (7) et on règle le débit (dès que le régime est atteint) avec la vanne (7)
on prend le débit ^{même} pour toutes expériences qui vont suivre.

.../...

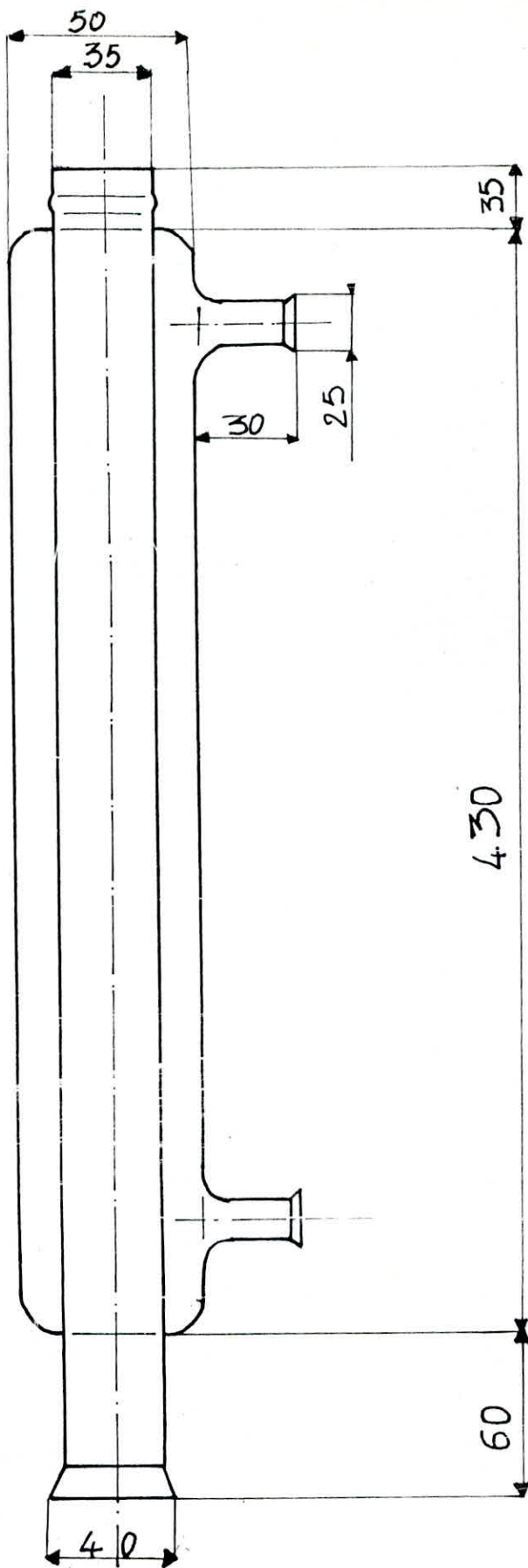


Figure: 8

Déscription de La Colonne

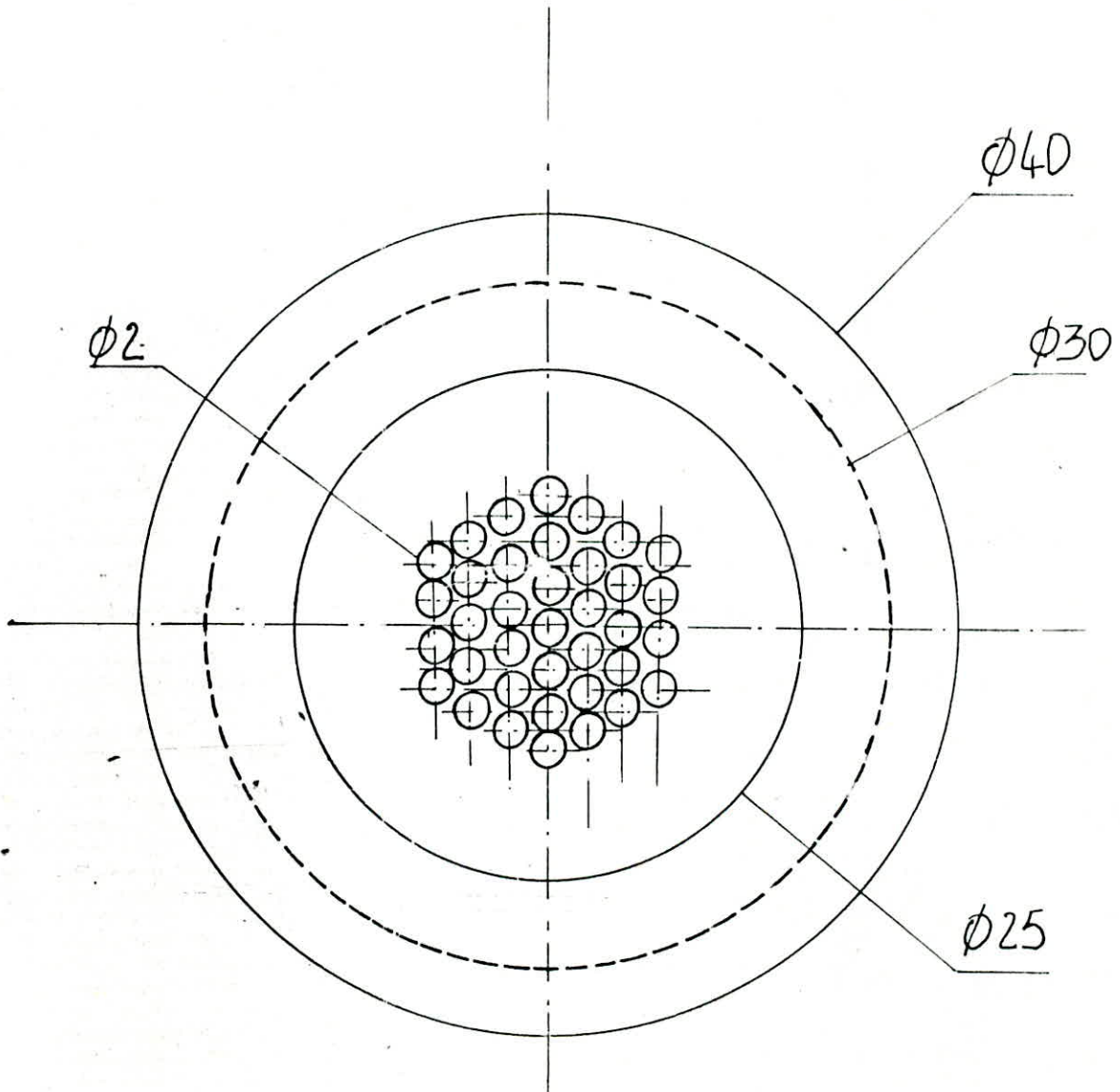


figure 1 9:

Support

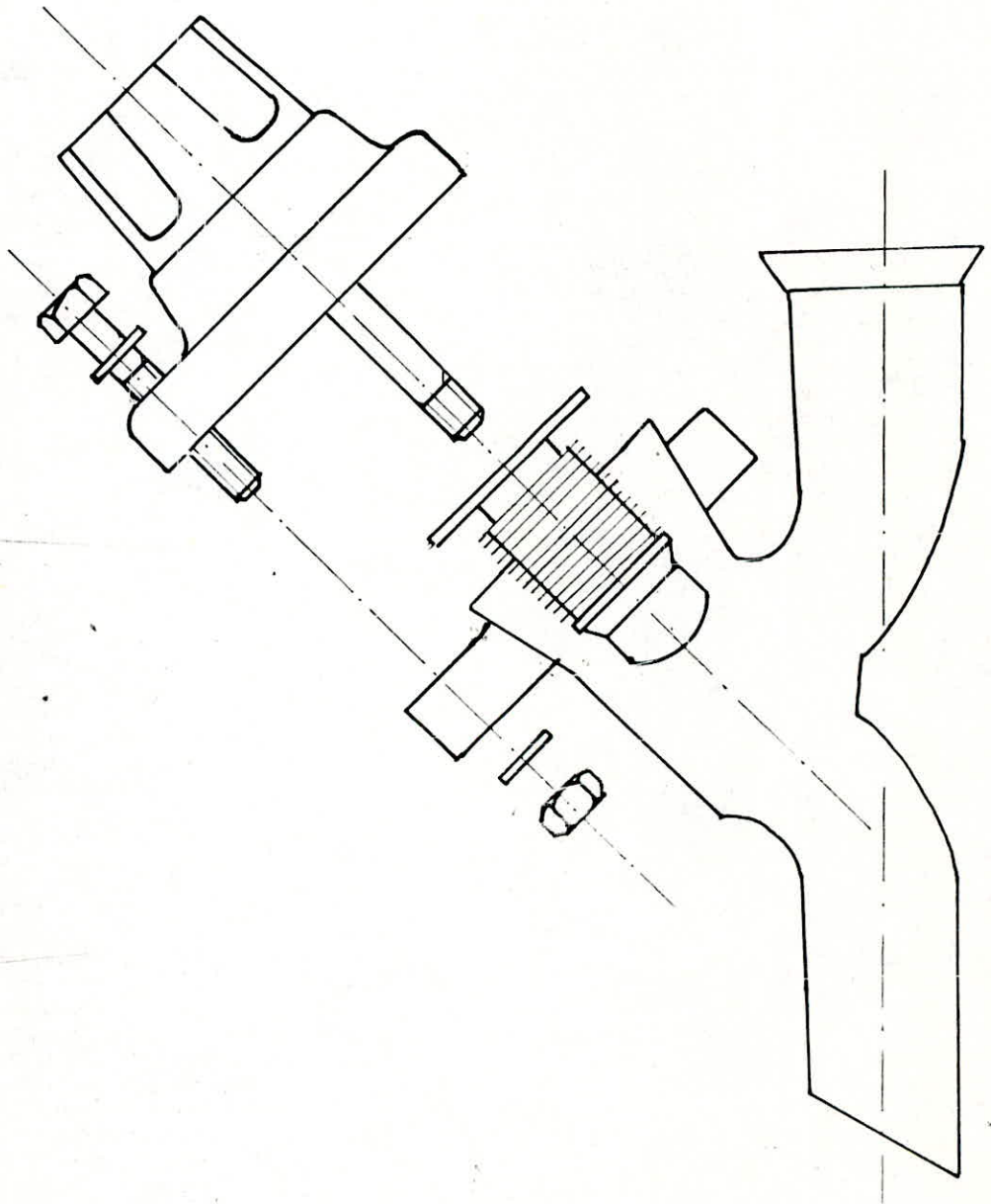


Figure: 10

Robinet

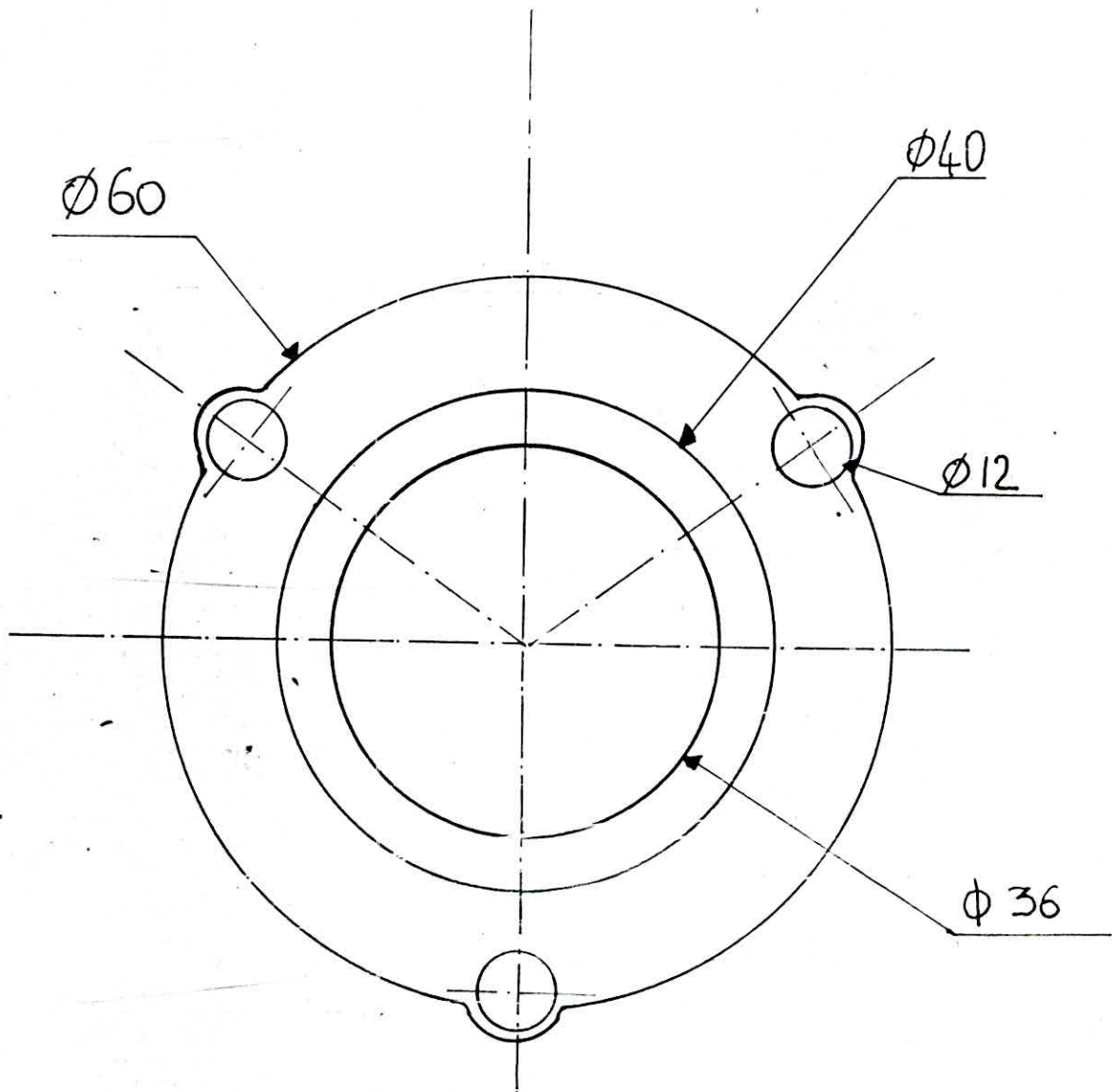


figure 12 :

Bride

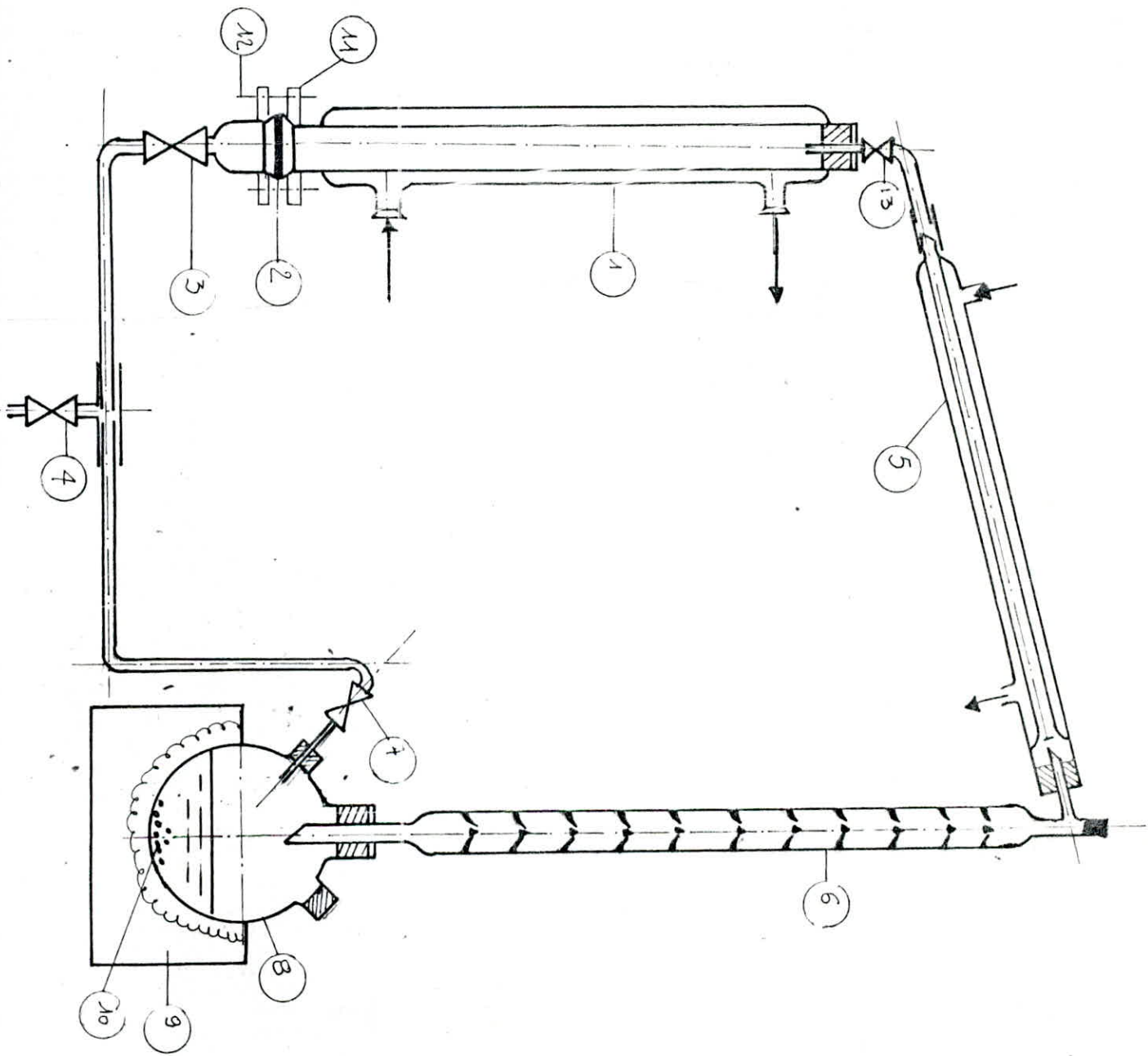


Figure : 11 Schema du montage

Legende.

1. Colonne
2. Support
3. Robinet
4. Vanne
5. Refrigérant
6. Colonne de Vigreux
7. Vanne melimitée
8. ballon à 3 cols
9. Chauffe ballon
10. pierres ponce
11. brides
12. boulons
13. Vanne

IV/- EXPERIMENTATION

Nous allons étudier l'influence de la température sur l'extraction. Nous allons effectuer des extractions de 3 heures pour pouvoir comparer avec les extractions statiques, la charge sera de 28g.

LES RESULTATS SONT DONNES PAR LE TABLEAU (9)

T (°C)	25	30	35	40	50	60
masse d'essence (g)	0,9657	1,1546	1,2192	1,4038	1,7917	2,3601
% (R)	3,4528	4,1598	4,3543	5,0136	6,3999	8,4312

(Les rendements sont calculés après avoir consulté les chromatogrammes correspondant a chaque température).

Nous n'avons obtenu que des résines sauf pour les températures de 25 et 30° C.

Traçons le rendement en fonction de la température (graphe 2).

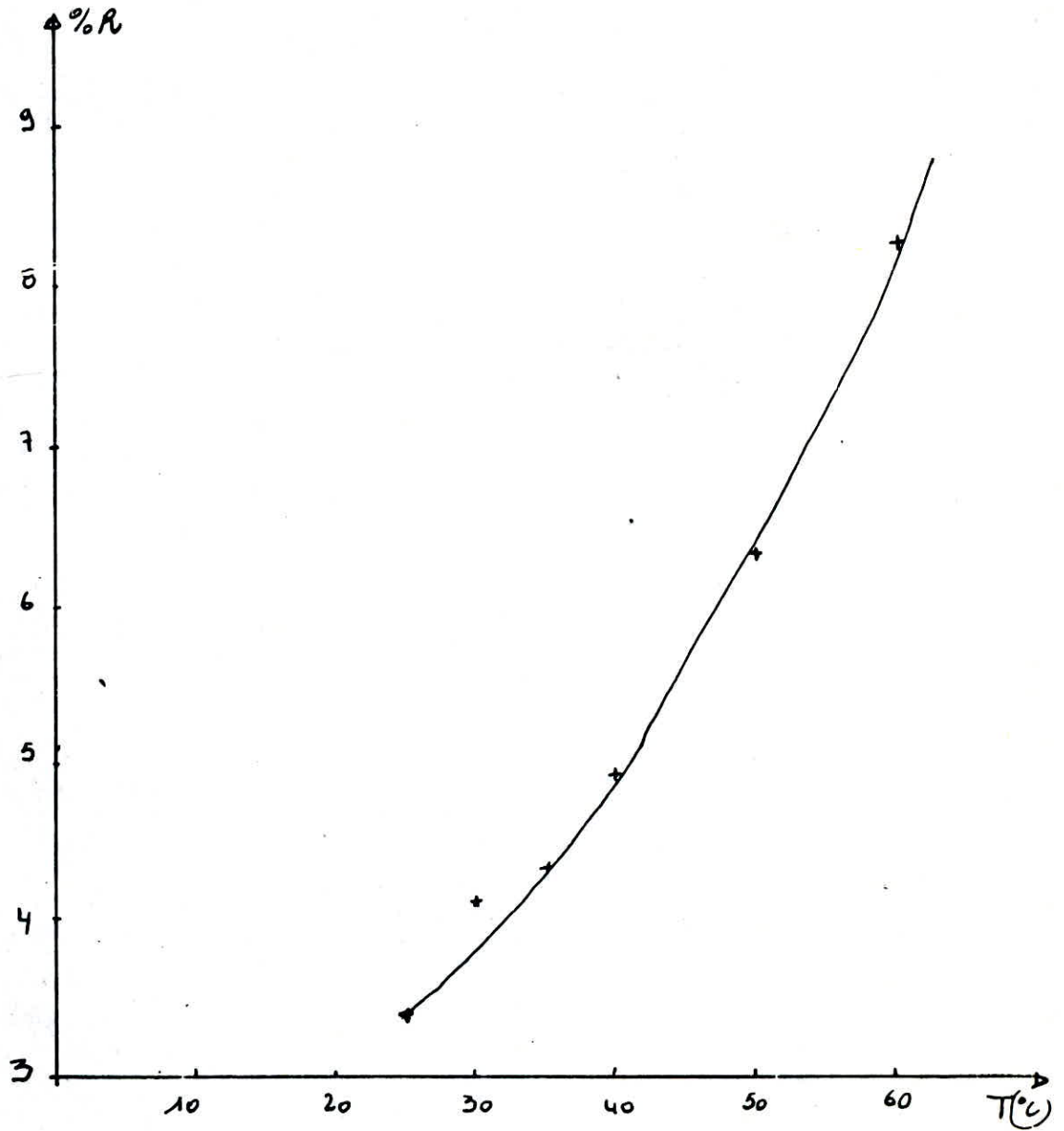
On voit sur ce graph^{de} l'influence de la température, augmentation rapide la courbe et c'est tout a fait normal car en augmentant la température la solubilité de l'eau et le solvant augmente ce qui permet au solvant d'extraire un maximum d'huile; mais ne nous pouvons augmenter indéfiniment la température pour obtenir de bons rendements car la température risque de détruire l'huile.

Au cours de chaque manipulation, c'est-à-dire pour chaque température, nous avons effectué des prélèvements dont nous avons relevé l'indice de réfraction pour voir l'influence de la température sur la vitesse d'extraction; les résultats sont donnés dans le tableau(10).

On trace pour chaque température l'indice de réfraction en fonction du temps -graphe 3.

Sur ce graphe 3 on voit nettement l'influence de T° sur la vitesse d'extraction.

On voit bien que plus la température augmente , plus la vitesse d'extraction est grande et la quantité d'huile augmente(rendement) car l'indice augmente(celui- du solvant pur étant de 1,3936).



Grapho 2:

Influence de la Temperature sur le rendement

Temps (mn)		15	30	45	60	75	90	105	120	135	150	165	180
∅	T=25°C	1,3942	1,3948	1,3955	1,3960	1,3967	1,3970	1,3973	1,3973	1,3974	1,3974	1,3975	1,3975
∅	T=30°C	1,3944	1,3951	1,3960	1,3967	1,3972	1,3974	1,3975	1,3977	1,3978	1,3979	1,3980	1,3981
∅	T=35°C	1,3946	1,3957	1,3967	1,3973	1,3980	1,3982	1,3982	1,3983	1,3984	1,3984	1,3985	1,3985
∅	T=40°C	1,3949	1,3960	1,3973	1,3982	1,3985	1,3986	1,3987	1,3988	1,3988	1,3989	1,3989	1,3989
∅	T=50°C	1,3950	1,3960	1,3982	1,3987	1,3990	1,3991	1,3992	1,3993	1,3993	1,3994	1,3994	1,3994
∅	T=60°C	1,3960	1,3982	1,3985	1,3996	1,3998	1,4001	1,4001	1,4002	1,4002	1,4003	1,4003	1,4004

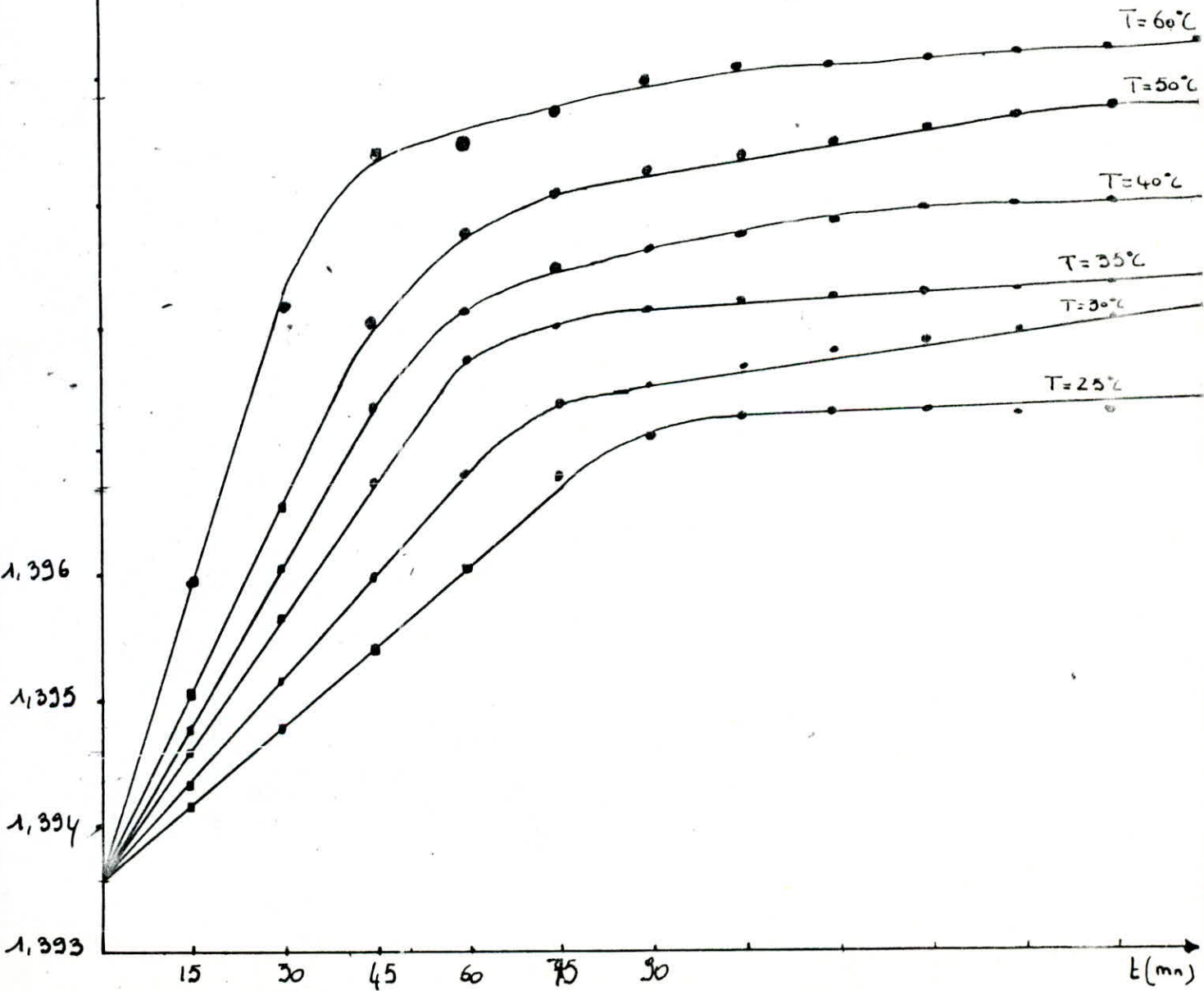
Tableau 10

Influence de la température sur la vitesse d'extraction :

ρ

$\rho = f(t, \text{temp})$

Graph 3



On voit que toutes les courbes tendent vers un palier en un temps bien déterminé. Plus la température est grande, plus le temps est court.

D'un point de vue économique, il est préférable de travailler à une température assez élevée pour réduire le temps et extraire plus d'huile.

Du point de vue rendement, cet extracteur donne de très bons résultats par rapport à l'extracteur statique avec lequel nous avons travaillé pendant la 1ère partie. À grande température (60°C) Le rendement est environ 4 fois supérieur à celui donné par l'extracteur statique pour un même temps de contact, mais d'un point de vue aspect on remarque leur nette différence bien que l'odeur soit la même et la couleur et la même l'aspect physique est différent, les huiles issues du 1ère extracteur sont liquides et assez visqueuse; dans le dernier extracteur elles sont solides (résines) bien qu'il reste du solvant (chromatographie).

D'un point de vue composition nous ne pouvons rien dire car nous avons injecté les huiles issues de ce dernier extracteur dans les mêmes conditions que la 1ère partie de la partie expérimentale ; il n'y a pas eu de séparation.

)) O D E L I S A T I O N D E L'EXTRACTEUR

Lorsqu'on veut connaître le fonctionnement d'un appareil c'est à dire prévoir les résultats qu'il peut donner, on doit avoir un modèle mathématique qui le régit et dans ce but nous allons élaborer un modèle pour notre extracteur.

Les paramètres qui rentrent en jeu dans ce modèle sont, la température, le temps de contact, la charge. Pour modéliser cet appareil nous appliquons le plan factoriel 2^3 ou méthode du cube.

L'établissement d'un modèle, aussi simple soit-il, requiert des résultats expérimentaux. Il est indispensable de connaître le nombre, la précision et la localisation des résultats nécessaires(46).

La planification des expériences constitue un puissant outil d'investigation scientifique, Les avantages d'une telle méthode sont les suivants(47).

.../...

- Les objectifs de l'étude sont exprimés d'une manière globale.
- Il est possible d'apprécier l'effet des interactions entre les variables étudiées.
- Le nombre d'essais requis pour atteindre un but fixé peut être estimé avec une meilleure précision qu'en suivant les méthodes de détermination classiques.
- Elle permet d'estimer la variabilité résiduelle. Celle-ci exprime la probabilité pour qu'une unité expérimentale soumise plusieurs fois au même traitement donne des réponses identiques.
- Répartir d'un même investissement, cette méthode permet d'aboutir à un plus grand nombre d'informations, de réduire considérablement l'effort total pour atteindre un objectif spécifié.

Cependant, parfois à la suite de la non continuité de la variation des différentes grandeurs, un résultat aberrant peut facilement passer inaperçu et exoner l'analyse de l'ensemble des résultats.

I /- PLAN FACTORIEL 2³

Un tel plan nécessite huit essais correspondant au total des combinaisons des deux niveaux des trois variables.

Afin de simplifier l'écriture de toutes ces combinaisons, il faut définir un nouveau système de coordonnées en prenant pour origine le point d'intersection des valeurs moyennes entre les deux niveaux de chaque variable.

Soit X_1, X_2, X_3 , les 3 variables (qui correspondent à la température au temps d'extraction et à la charge) et $X_{1i}, X_{2i}, X_{3i}, X_{1s}, X_{2s}, X_{3s}$, Les valeurs inférieures et supérieures de ces trois variables

Le nouveau système de coordonnées défini a pour origine (0,0,0)

Le pt. $\left(\frac{X_{1i} + X_{1s}}{2} ; \frac{X_{2i} + X_{2s}}{2} ; \frac{X_{3i} + X_{3s}}{2} \right)$

$\begin{matrix} \xrightarrow{\Delta X_1} \\ \xrightarrow{\Delta X_2} \\ \xrightarrow{\Delta X_3} \end{matrix}$

Si l'on substitue aux trois variables, les variables réduites

X_1, X_2, X_3 de la forme.

$$X_1 = \frac{X_1 - X_{1M}}{\Delta X_1} = \alpha_1 X_1 + \beta_1 ; \Delta X_1 = \frac{X_{1s} - X_{1i}}{2}$$

$$X_2 = \frac{X_2 - X_{2M}}{\Delta X_2} = \alpha_2 X_2 + \beta_2 ; \Delta X_2 = \frac{X_{2s} - X_{2i}}{2}$$

$$X_3 = \frac{X_3 - X_{3M}}{\Delta X_3} = \alpha_3 X_3 + \beta_3 ; \Delta X_3 = \frac{X_{3s} - X_{3i}}{2}$$

.../...

Le domaine expérimental est transformé dans le nouveau système en cube centré à l'origine (0,0,0) et dont les sommets ont respectivement les coordonnées figure 1.F.1.

Le modèle que nous cherchons peut se mettre sous la forme:

$$\% \text{ Rendement} = K t^2 T^y M^z$$

Le choix d'une équation du rendement en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas en puissance nous impose en fait de prendre pour grandeur caractéristique:

$$y = \text{Log} \% R \quad \text{et pour variables } \text{Log} t; \text{Log} T; \text{Log} M$$

$$y = \text{Log} \% R = f(\text{Log} t, \text{Log} T, \text{Log} M)$$

$$y = \text{Log} \% R = f(x_1, x_2, x_3)$$

Autour de l'origine on admet que la grandeur caractéristique ou réponse y dont on étudie la variation peut être développée suivant une fonction polynomiale de X_1, X_2, X_3 .

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_{1,2} x_1 x_2 + a_{1,3} x_1 x_3 + a_{2,3} x_2 x_3 + a_{1,2,3} x_1 x_2 x_3$$

Les 8 expériences fournissent 8 valeurs de la grandeur y et permettent donc de déterminer les valeurs des 8 coefficients de l'équation précédente.

II/- RESULTATS EXPERIMENTAUX:

$$\begin{aligned} \text{Les bornes choisies sont: } & 55^\circ \text{C} < T < 65^\circ \text{C} \\ & 2\text{h}30' < t < 3\text{h}30' \\ & 25\text{g} < M < 30\text{g} \end{aligned}$$

Les résultats des expériences sont données dans le tableau 11.

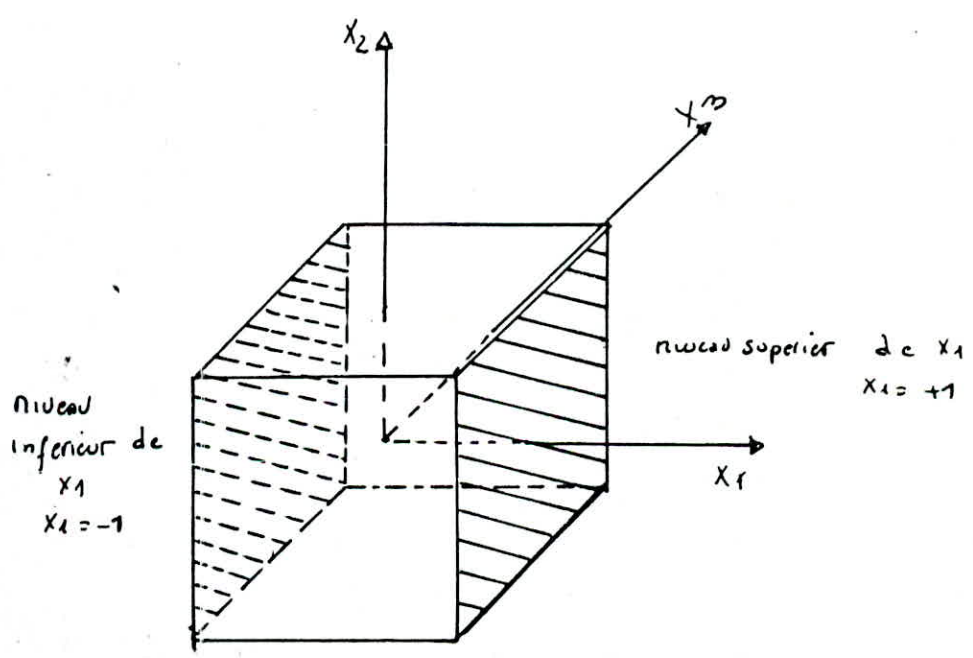
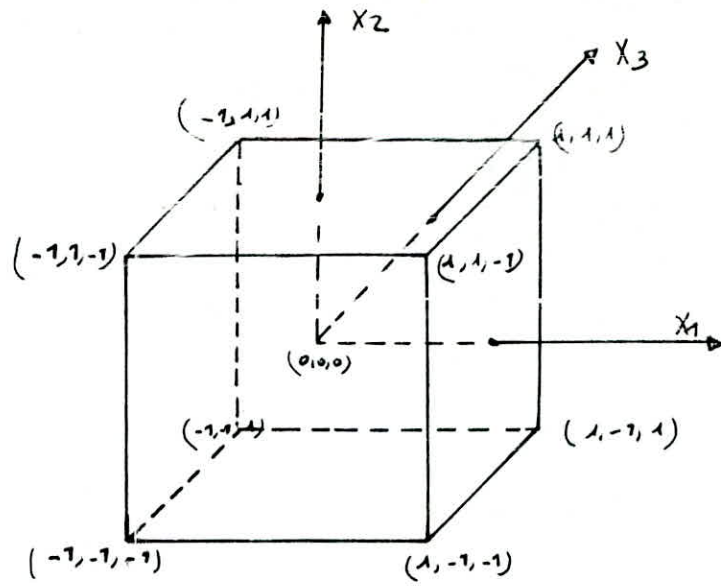


figure ~~13~~: F1
Plan factoriel 2^3

expérience	en coordonnées réduites			en coordonnées non réduites			valeurs correspondantes des variables			% R	log % R
	X ₁	X ₂	X ₃	log(T) x ₁	log(t) x ₂	log M. x ₃	T(°C)	t(mn)	M(g)		
1	-1	-1	1	4	5,01	3,4	55	150	30	8,0132	2,081
2	1	1	1	4,17	5,347	3,4	65	210	30	7,5918	2,027
3	-1	1	1	4	5,347	3,4	55	210	30	6,1261	1,813
4	1	-1	1	4,17	5,01	3,4	65	150	30	8,6260	2,155
5	-1	-1	-1	4	5,01	3,21	55	150	25	8,0152	2,081
6	1	1	-1	4,17	5,347	3,21	65	210	25	8,0848	2,090
7	-1	1	-1	4	5,347	3,21	55	210	25	7,1107	1,962
8	1	-1	-1	4,17	5,01	3,21	65	150	25	9,114	2,210

Tableau 11.

Résultats des expériences du modèle mathématique

II. 1/- CALCUL DES EFFETS DES PARAMETRES OPERATOIRES SUR LE RENDEMENT:

La méthode de calcul se nomme "Quicher méthodes"(48) et qui permet de calculer rapidement les effets des paramètres sur un rendement.

II.1.1.- CALCUL DES EFFETS INDIVIDUELS SUR LE RENDEMENT:

a)- Calcul de l'effet de la température:

$$E_{(T)} = \sum x_{1i} y_i / 4 = 0,538 / 4 = 0,1363$$

b)- Calcul de l'effet du temps de contact:

$$E_{(t)} = \sum x_{2i} y_i / 4 = -0,635 / 4 = -0,1588$$

c)- Calcul de l'effet de la charge:

$$E_{(ch)} = \sum x_{3i} y_i / 4 = -0,267 / 4 = -0,0668$$

II.1.2. - CALCUL DES EFFETS D'INTERACTIONS SUR LE RENDEMENT

a)- Calcul de l'effet entre la température et le temps de contact:

$$E_{(T,t)} = \sum x_{1i} x_{2i} y_i / 4 = 0,139 / 4 = 0,0348$$

b)- Calcul de l'effet entre la température et la charge:

$$E_{(T,ch)} = \sum x_{1i} x_{3i} y_i / 4 = 0,031 / 4 = 0,0078$$

c)- Calcul de l'effet entre la charge et le temps de contact:

$$E_{(t,ch)} = \sum x_{2i} x_{3i} y_i / 4 = -0,157 / 4 = -0,0393$$

d)- Calcul de l'effet entre les 3 paramètres:

$$E_{(T,t,ch)} = \sum x_{1i} x_{2i} x_{3i} y_i / 4 = 0,141 / 4 = 0,0353$$

L'analyse de ces résultats permettrait de conclure qu'une augmentation de courbe de température impliquerait une augmentation de rendement de 0,136% et de même pour les autres effets individuelle.

Nous constatons que les intersections entre les paramètres sont très importantes et que la variation du rendement est plus sensible à la variation onjuguée de la charge et du temps de contact, ainsi que les 3 paramètres en même temps.

II.2- ETABLISSEMENT D'UN MODELE

II.2.1.- METHODE UTILISANT LES EFFETS DES PARAMETRES SUR LE RENDEMENT

La Loi de rondonisation (48) suggère que l'expression, polynomiale du rendement dépend de tout les effets considérés.

Le modèle mathématique suggéré pour notre cas est :

$$y = \bar{y} + E(r)/2 X_1 + E(t)/2 X_2 + E(ch)/2 X_3 + E(r \times T) X_1 X_2 \\ + E(T \times ch) X_1 X_3 + E(r \times ch) X_2 X_3 + E(T \times t \times ch) X_1 X_2 X_3$$

Où \bar{y} : est la moyenne des rendements obtenus.

$$y = 2.052 + 0.068 X_1 + 0.279 X_2 + 0.034 X_3 + 0.074 X_1 X_2 \\ + 0.039 X_1 X_3 - 0.0197 X_2 X_3 + 0.077 X_1 X_2 X_3$$

II.2.2. LA METHODE DES MOINDRES CARRES

De l'équation (1), les coefficients de ce polynome sont déterminés par la méthode des moindres carrés.

En minimisant les écarts entre les points expérimentaux et les points calculés par l'expression (1) on aboutit à un système de 8 équations à 8 inconnues.

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^n y_i - n a_0 - a_1 \sum_{i=1}^n x_{1i} - a_2 \sum_{i=1}^n x_{2i} - a_3 \sum_{i=1}^n x_{3i} - a_{12} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} \\ - a_{13} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n x_{2i} x_{3i} - a_{123} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} x_{3i} = 0 \\ \sum_{i=1}^n x_{1i} y_i - a_0 \sum_{i=1}^n x_{1i} - a_1 \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 - a_2 \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} - a_3 \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{3i} \\ - a_{12} \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 x_{2i} - a_{13} \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 x_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} x_{3i} - a_{123} \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 x_{2i} x_{3i} = 0 \\ \sum_{i=1}^n x_{2i} y_i - a_0 \sum_{i=1}^n x_{2i} - a_1 \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} - a_2 \sum_{i=1}^n x_{2i}^2 - a_3 \sum_{i=1}^n x_{2i} x_{3i} \\ - a_{12} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i}^2 - a_{13} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} x_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n x_{2i}^2 x_{3i} - a_{123} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i}^2 x_{3i} = 0 \\ \sum_{i=1}^n x_{3i} y_i - a_0 \sum_{i=1}^n x_{3i} - a_1 \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{3i} - a_2 \sum_{i=1}^n x_{2i} x_{3i} - a_3 \sum_{i=1}^n x_{3i}^2 - a_{12} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} x_{3i} \\ - a_{13} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{3i}^2 - a_{23} \sum_{i=1}^n x_{2i} x_{3i}^2 - a_{123} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} x_{3i}^2 = 0 \\ \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} x_{3i} - a_0 \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} - a_1 \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 x_{2i} - a_2 \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i}^2 - a_3 \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i} x_{3i} \\ - a_{12} \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 x_{2i}^2 - a_{13} \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 x_{2i} x_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n x_{1i} x_{2i}^2 x_{3i}^2 \\ - a_{123} \sum_{i=1}^n x_{1i}^2 x_{2i}^2 x_{3i}^2 = 0 \end{aligned}$$

.../...

$$\begin{aligned} \sum X_{1i} X_{2i} Y_i - a_0 \sum X_{1i} X_{3i} - a_1 \sum X_{1i}^2 X_{3i} - a_2 \sum X_{1i} X_{2i} Y_{3i} - a_3 \sum X_{1i} X_{3i}^2 \\ - a_{12} \sum X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i} - a_{13} \sum X_{1i}^2 X_{2i}^2 - a_{23} \sum X_{1i} X_{2i} X_{3i}^2 - a_{123} \sum X_{1i}^2 X_{2i}^2 X_{3i}^2 = 0 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sum X_{2i} X_{3i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_2 \sum X_{2i}^2 X_{3i} - \\ a_3 \sum X_{2i} X_{3i}^2 - a_{12} \sum X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i} - a_{13} \sum X_{1i} X_{2i} X_{3i}^2 - \\ a_{23} \sum X_{2i}^2 X_{3i}^2 - a_{123} \sum X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i}^2 = 0 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sum X_{1i} X_{2i} X_{3i} Y_i - a_0 \sum X_{3i} X_{2i} X_{1i} - a_1 \sum X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i} \\ a_2 \sum X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i} - a_3 \sum X_{1i} X_{2i} X_{3i}^2 - a_{12} \sum X_{1i}^2 Y_{2i} X_{3i} - \\ a_{13} \sum X_{1i}^2 X_{2i} Y_{3i} - a_{23} \sum X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i}^2 = 0 \end{aligned}$$

Ces 8 equations permettent de determiner les constantes $a_0, a_1, a_2, a_3, a_{12}, a_{13}, a_{23}, a_{123}$

nous obtenons:

$a_0=2.052$	$a_{12}=0.0174$
$a_1=0.068$	$a_{13}=0.0039$
$a_2=-0.079$	$a_{23}=-0.0196$
$a_3=-0.033$	$a_{123}=0.0176$

d'ou

$$Y = 2.052 + 0.068 * X_1 - 0.079 * X_2 - 0.033 * X_3 + 0.0174 * X_1 * X_2 + 0.0039 * X_1 * X_3 - 0.0196 * X_2 * X_3 + 0.0176 * X_1 * X_2 * X_3$$

On voit que Les deux models sont identiques, c'est a dire que les deux models convergent vers un même resultat.

Pour Comparer Les resultats experimentaux et Les valeurs donné par l'un des models on dresse Le tableau 12 ci dessous:

exp	Y_{exp}	Y_{th}	$R = Y_{exp} - Y_{th}$
1	2,081	2,0809	$1 \cdot 10^{-4}$
2	2,027	2,0269	$1 \cdot 10^{-4}$
3	1,813	1,8129	$1 \cdot 10^{-4}$
4	2,155	2,1549	$1 \cdot 10^{-4}$
5	2,081	2,0811	$-1 \cdot 10^{-4}$
6	2,090	2,0899	$1 \cdot 10^{-4}$
7	1,962	1,9619	$1 \cdot 10^{-4}$
8	2,210	2,2099	$1 \cdot 10^{-4}$

tableau 12

D'après ce tableau, on remarque que l'erreur est minimal (c'est a dire que l'erreur est tellement petite que l'on pourrait la négliger).

on peut dire que ce model donne de bons resultat.

Calculons maintenant la précision moyenne sur chaque Coefficient (erreur standard) donné par: (48)

$$S = \sqrt{\frac{\sum a_i^2}{7}}$$

$$\underline{S = 0,06 \%}$$

Cela veut sur chaque coefficient l'erreur se situe au bout du 3^{ème} chiffre.

maintenant calculons la précision sur le model (systeme) (48) :

$$\sigma = \sqrt{\frac{8 \times 2}{4}} \cdot 15$$

- 8 : nombre d'expérience
- 2 : nombre de variation de niveau
- 4 : nombre d'apparition de chaque parametre sous la même valeur

$$\underline{\sigma = 0,1 \%}$$

bien que le calcul nous donne une telle valeur, on constate dans le tableau 12 que l'erreur est au 3^{ème} chiffre après la virgule; mais cette erreur est acceptable étant donné le d'autre parametre influant que ne nous pouvons contrôler aisement (débit).

CONCLUSION

C O N C L U S I O N G E N E R A L E

Au cours de ce travail, nous avons tenté d'avoir une coupe capable de remplacer l'héxane dans les extractions d'^{résine des}huile essentielle de bois de cèdre. La seule qui répond aux exigences est un produit étranger; la coupe (65.95). Donc la coupe naphta livrée par la raffinerie d'Alger n'est pas adéquate pour ce genre de manipulation; pour une indépendance économique, il faudrait que la raffinerie fabrique des coupes contenant en majorité l'héxane.

Nous avons tenté aussi de réaliser un extracteur avec circulation continu du solvant et qui ferait intervenir l'effet de la température. Ce dernier donne des résultats des plus encourageants avec une température variant entre 50° C et 60° C.

En dernier lieu nous avons tenté une modélisation car l'appareil est nouveau et doit être modélisé. Nous avons essayé deux méthodes afin de pouvoir connaître tous les outils mathématiques nécessaires à un ingénieur en génie -chimique.

Ce modeste travail nous a initié à la recherche, et nous espérons qu'il trouvera une continuation afin de faire profiter notre pays et valoriser son économie.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) - T. BASSIRI - Introduction à l'étude des Parfums.
Ed. Masson et Cie 1960.
- (2) - Y.R. NAVES - Qu'est ce qu'une huile essentielle
Ind. Chim. Belge. 1964
- (3) - PERFUMER AND FLAVORIST- OCT/NOV 1986 Vol.II. N° 7
- (4) - LA PARFUMERIE MODERNE - Revue Scientifique 1922
- (5) - E. GUENTHER The Essentiels Oils Tome I.
Ed. ROBERT E. KREUGER 1948 M.ed. 1972.
- (6) - J.P. DURVELLE - Fabrication des Essences et des Plantes
a parfums. J. FRITSH - Editeur Paris 1893.
- (7) - P. DURAFFOURD - Les Huiles Essentielles de la santé
Ed. la maison du Bien être 1987.
- (8) - E. GILDMEUTER ET F. HOFFMAN - Les Huiles Essentielles Tome 3
Ed. J.B. Baillièrre et Fils 1912.
- (9) - E. CHARABOT - Industrie des parfums naturelles
Ed. Octave Doin et fils 1912.
- (10) - A. AZZOUNI - Etude la croissance de cèdres Atlantica
Manetti Introduit. en moyenne altitude dans
l'Atlas Tellien. - Mémoire de Fin d'Etude
ENA. 1979- 80.
- (11) - TOTH - Le Cèdre Bull de la vulgarisation Forestiere
N° 114 - 1971.
- (12) - HALIMI - L'Atlas Blidien
Mémoire de Fin d'Etude- INA - 1984.
- (13) - ANONYME - Présentation de la Foret Algérienne R.A.D.P.
SEFOR- 1979.
- (14) - Bulletin de la Vulgarisation Forestière , le Cèdre dans la Région
Provence Cote d'Azur- N° 74/6 Juin 1974.
- (15) - E. GUNTHER Thé Essentiels Oils Tome III
Ed. ROBERT E. KRAGER 1948 - Med. 1972.
- (16) - Y.R. NAVES - Technologie de Chimie des Parfums Naturels
Ed. Masson et Cie. 1974.
- (17) - J.P. DURWEIL - Fabrication des Essences et des Parfums
Ed. Librairie Centrale des Sciences 1930.
- (18) - Le. FLORENTIN - Les Parfums que sais-je
Ed. Presse Universitaire 1954.
- (19) - M.P. OTTO - L'industrie des Parfums
Ed. DUNOD 1924.

- (20)- R. DUNON ET M. GELUS - Valorisation Chimique du Bois
Ed. Masson et Cie. 1982.
- (21)- GUILLENESNOT - Le bois matière première de la chimie
moderne. 1941
- (22)- SCIENCE ET VIE - Hors série N° 22 Mars 1978
- (23)- R. DELANGE - Essences Naturelles et Parfums
Ed. Armand Colin 1930.
- (24)- AUSTIN -Shreve S. Chemied Industries
Ed. M.GRAW - HILL 1985.
- (25)- C. SABERIO -Chimie organique moderne
ed Inter Edition 1979.
- (26)- M. PARIS et M. HURABIELLE - Abrégé de matière médical pharmaco gnosie
Ed. Masson 1981.
- (27)- HUDDLE J.IND. Ag. Chimie 28,1936 - N° 18
- (28)- MOSSY BULL . Soc. Sce. Naturelle - Maroc, Botanique Application.
16, 1924, N° 1.
- (29)- Y. BOUMGHAR Technique d'extraction appliquées aux espèces forestières
Le Cèdre de Djurdjura.
Contribution a l'étude analytique des huiles essentielles
extraites magistère ENP. 1989.
- (30)- M. PLATIER ET M. TEISSIERE - Contribution a la connaissance de l'huile
Essentielle du Cèdre de l'Atlas.
-Recherche franaises- N° 19. Aout 1972.
- (31)- TATU -L'industries moderne des parfums
Ed. J.B. BAILLIERE et FILS - 1932.
- (32)- E.GILDMESTER et F. HOFFMAN - Les huiles éssentielles Tome 1.
Ed. J.B. BAILLIERE ET FILS 1912.
- (33)- NATUREL ESSENTIEL OIL -Perfumer And Flavorist U d 3, 1984.
- (34)- GUILLON BREVET D'Extraction d'huile de graisse oléagineuse par Ultra-Sons
2596060 - 1988.
- (35)- P. DOUSSE - Utilisation de l'extraction Solide-Liquide par diffusion
dans la technologie des Fruits et Légumes.
Thèse d'Etat. Ecole Polytechnique Fédérale de ZURICH 1976.
- (36)- DESPINVE - Les Solvants d'Extraction
Revue française des Corps Gras Volume 25, N° 1 7-9- 1978.
- (37)- COMPARAISON OF ALTERNATIVE SOLVANT FOR OIL EXTRACTION
J.A. Oc.s Ud 60 , N° 2, 1983.
- (38)- R. FRANCOIS -Extraction Solide- Liquide en Huilerie.
G. Chimique U 96, N° 6 - 1966.

- (39)- J.C. OSBON, D.F. BOUCHERET J.C. BRIER " Trans. Am-Inst. chim-engrs
967. 993 - Vol. 40, 1944.
- (40) BOUICHA - Extraction des Essences par solvant volatil du cèdre
de l'Atlas: Approche Analytique des extraits.
ENP. 1987.
- (41)- HADJ-SAÏD - Extraction des résinoïdes par solvant volatil de bois de
cèdre de l'Atlas purification et séparation des extraits.
ENP. 1988.
- (42)- BENYAHIA - Modélisation de l'extraction du Bois de cèdre ENP. 1988.
- (43) AFNOR - Huiles essentielles
Ed. Association Françaises de Normalisation 1986.
- (44)- J. TRANCHANT. - Manuel pratique de la chromatographie en phase gazeuse
Cd. Masson et Cie. 1982.
- (45)- H.S. GULBARAN TUILBENTI - J.A. OC.S Vol 63.N° 11 Nov. 1986
- (46)- MARIE ALINE PELISSIE : Amoxylation du propène
Magistère : Polytechnique de Toulouse 1978.
- (47)- P. CHAPOUILLE Planification et Analyse des Expériences
Ed. Masson et Cie.
- (48)- G.E. BOX, W.G HUNTER ET J.S. HUNTER - Statistes For Expérimentées
Ed. John Wiley And Sons Inc 1978.

ANNEXE

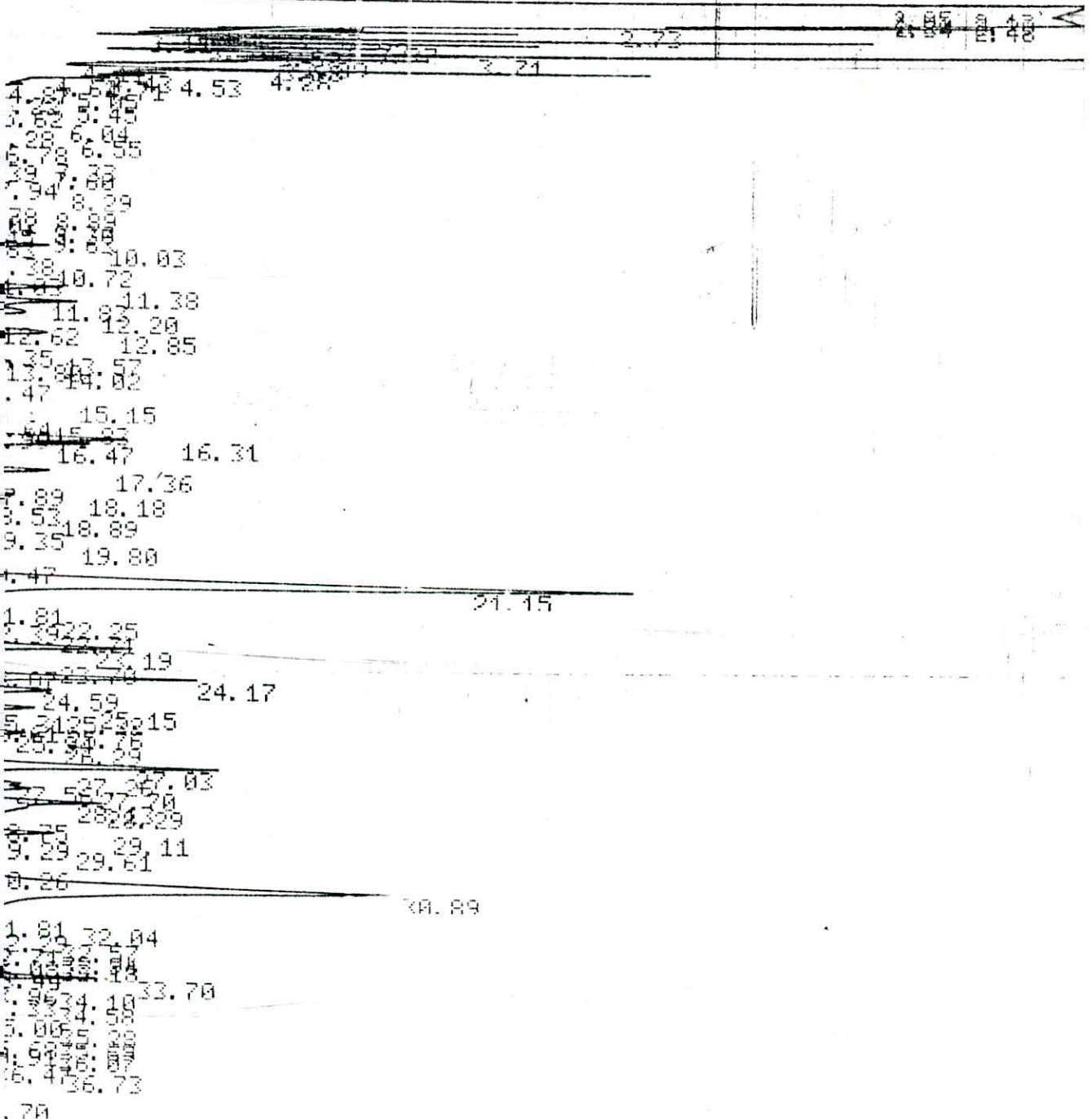
Chromatogram No 17

- hexane -

L:

L:

998 1001 1001 1002 1000
L.R INJECT 01:57:08



RT= 64
PT EVAL:
PT= 20.

1002 1001 1000 1000

CHANNEL A INJECT 12

95:46:23

Coupe
40-60

3.29	4.07	2.13	2.19
5.03			3.57
7.24	6.89		
7.98	7.57		
7.74	8.49		
7.73	9.02		
10.45	10.05		
10.97	10.63		
11.75	11.17		
12.09	11.94		
12.97	12.41		
13.99	13.86		
14.15	14.70		
15.09	15.30		
15.24	15.93		
16.00	16.58		
18.14	18.27	17.49	
19.10	19.75		
20.17	19.83		
21.10	20.65		
21.44	21.63		
22.01	21.63		
22.87	22.53		
23.99	23.62		
	24.77		
25.93			
27.09	26.57		

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10 CH= "A" PS= 1.
 EAK# AREA% RT AREA BC

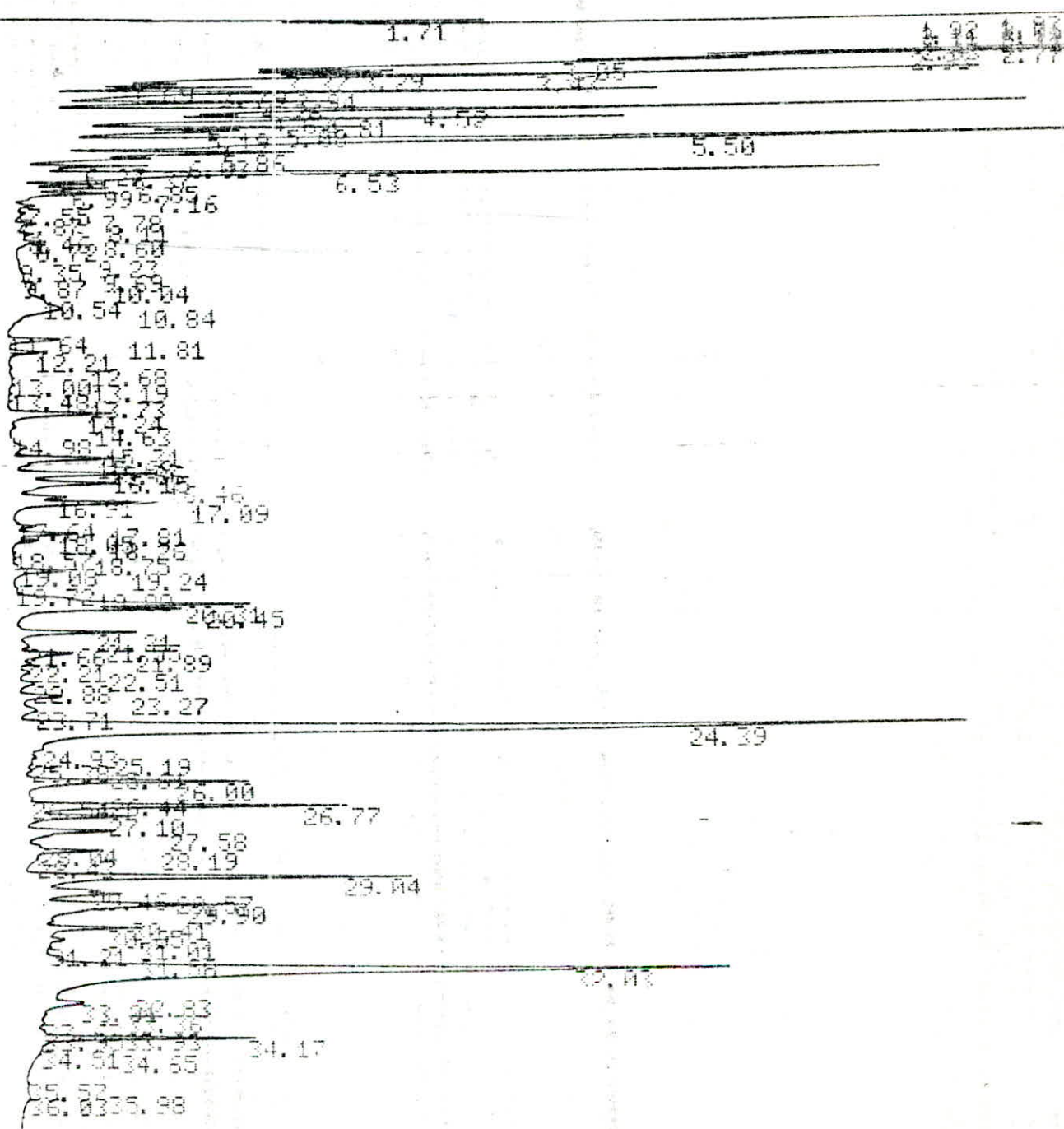
NO DATA, CHANNEL A

Chromatogram No. 12
[65-95]

CHANNEL A

INJECT

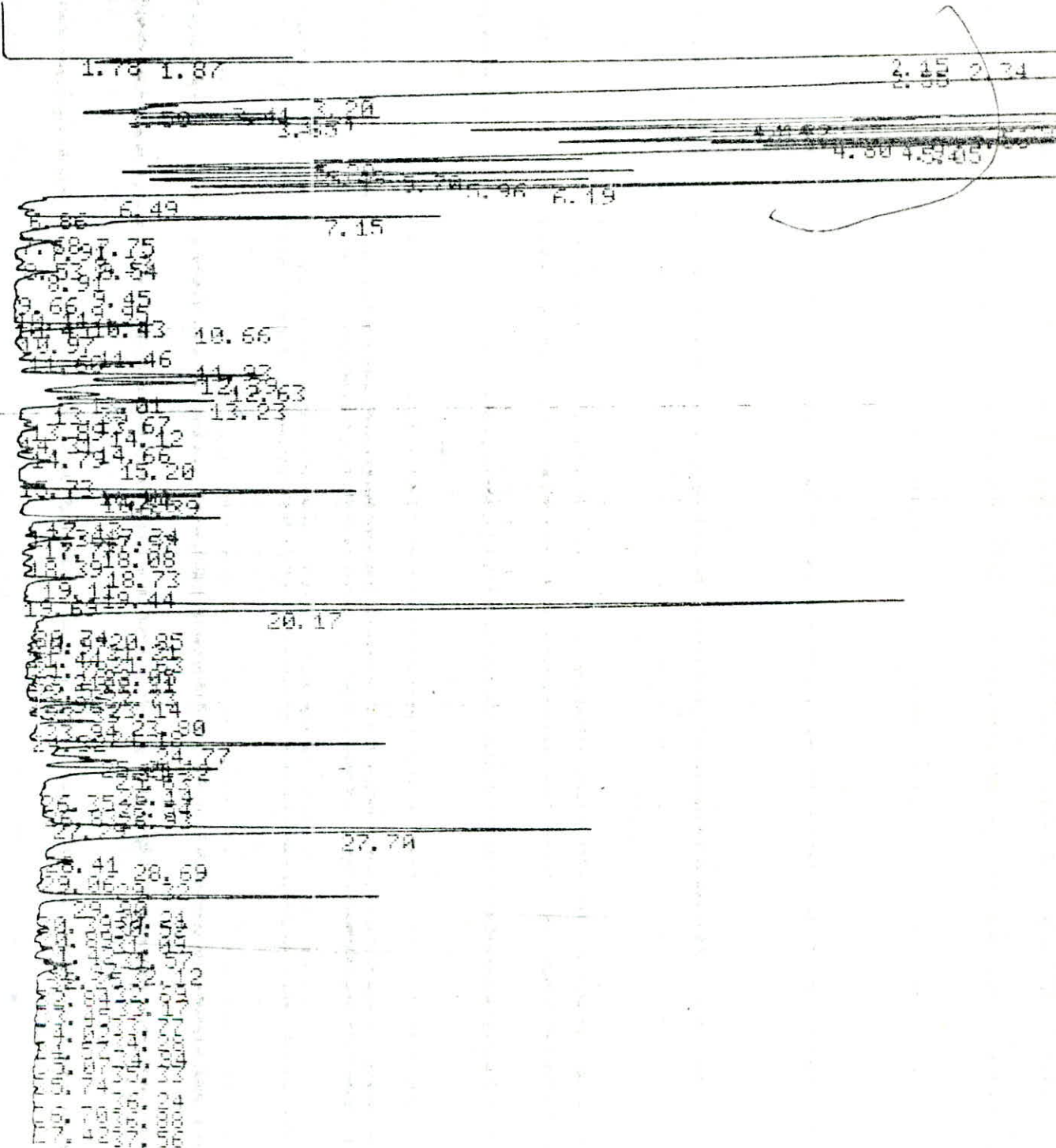
00:59:22



RT= 64
CS= 0.50
PT EVAL:
PT= 17.
PT EVAL:
PT= 18.

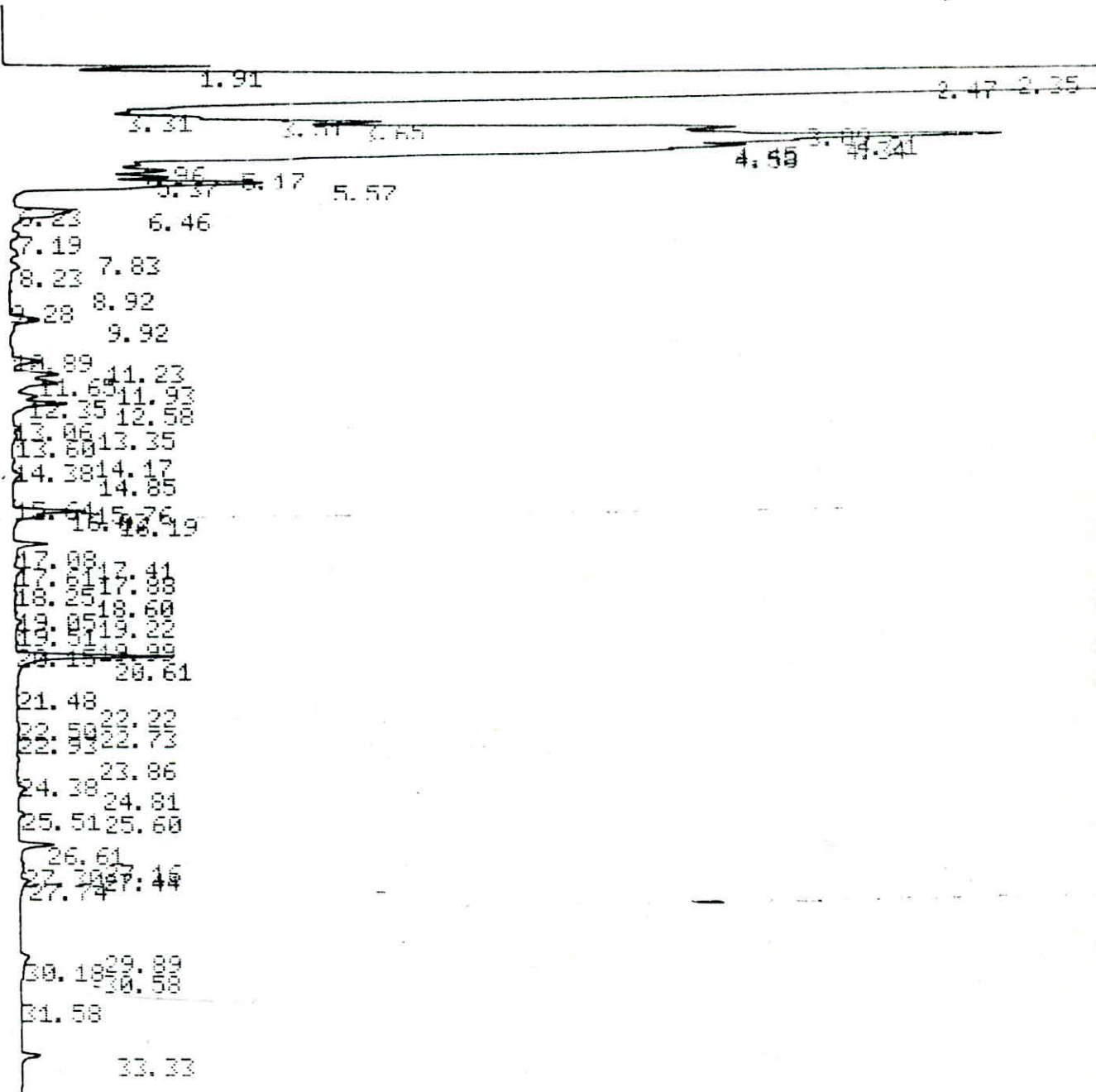
Chromatogram n° 7
coupe nephre

999 1000
CHANNEL A INJECT 04/03/89 16:22:19



Chromatogram n° 9
A^e Coupe

CHANNEL A INJECT 12 93:14:02

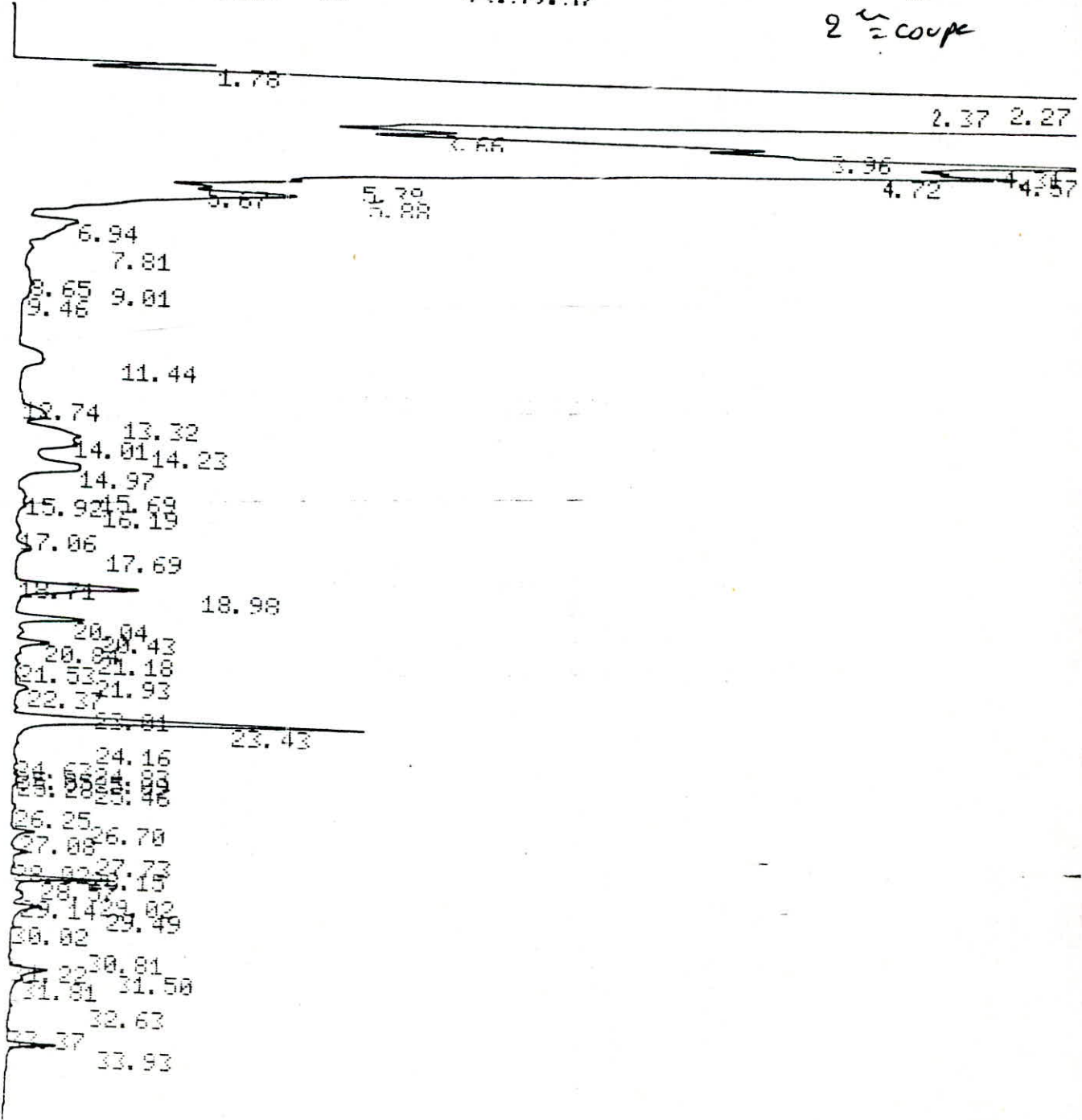


CHANNEL A INJECT 12

93:59:57

Chromatogram № 10

2^u coupe

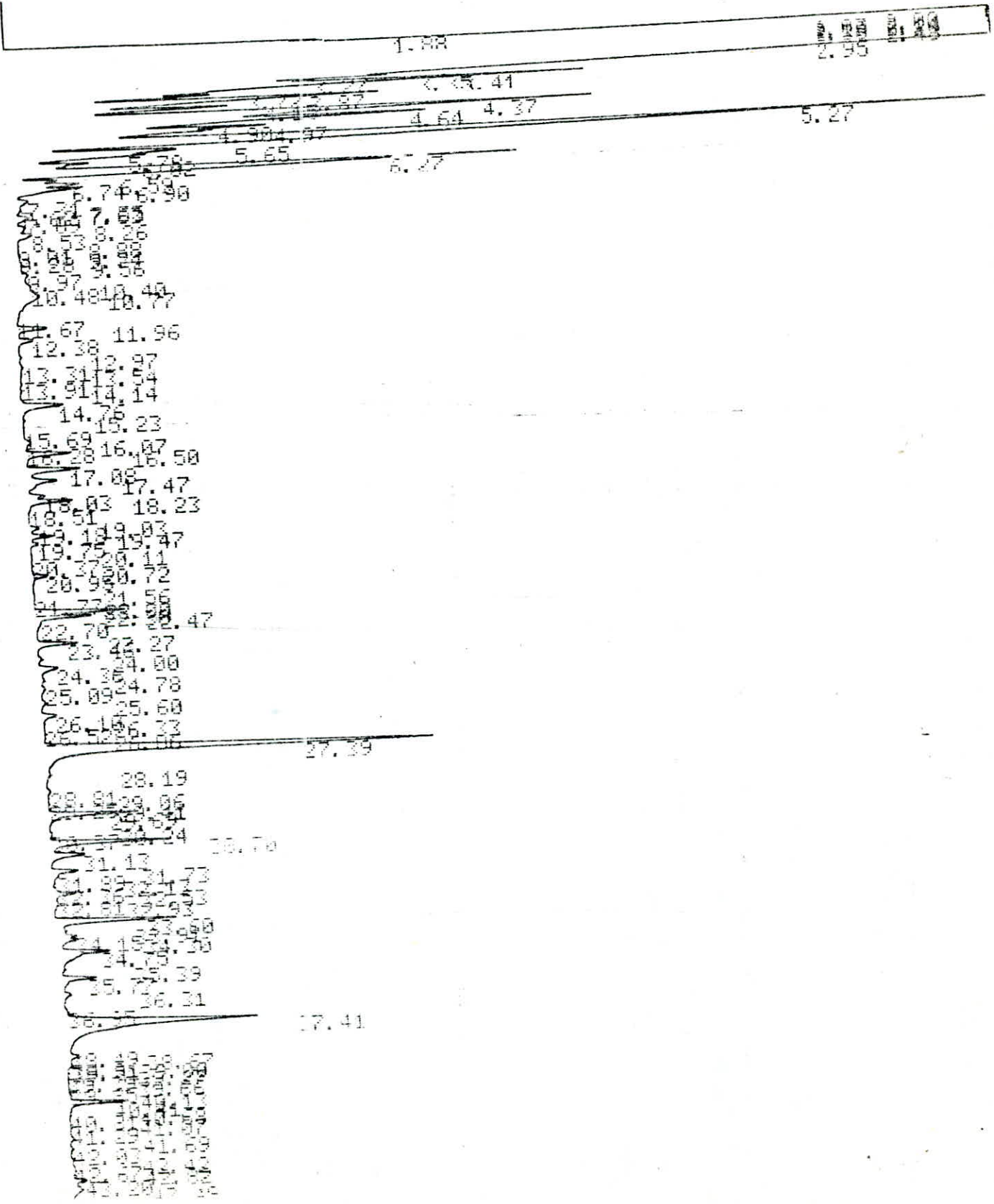


READY
TE "
ME "
= 64
= .5

Chromatogramme N° 6
3^{ème} = coupe

CHANNEL A INJECT

RR:00:59



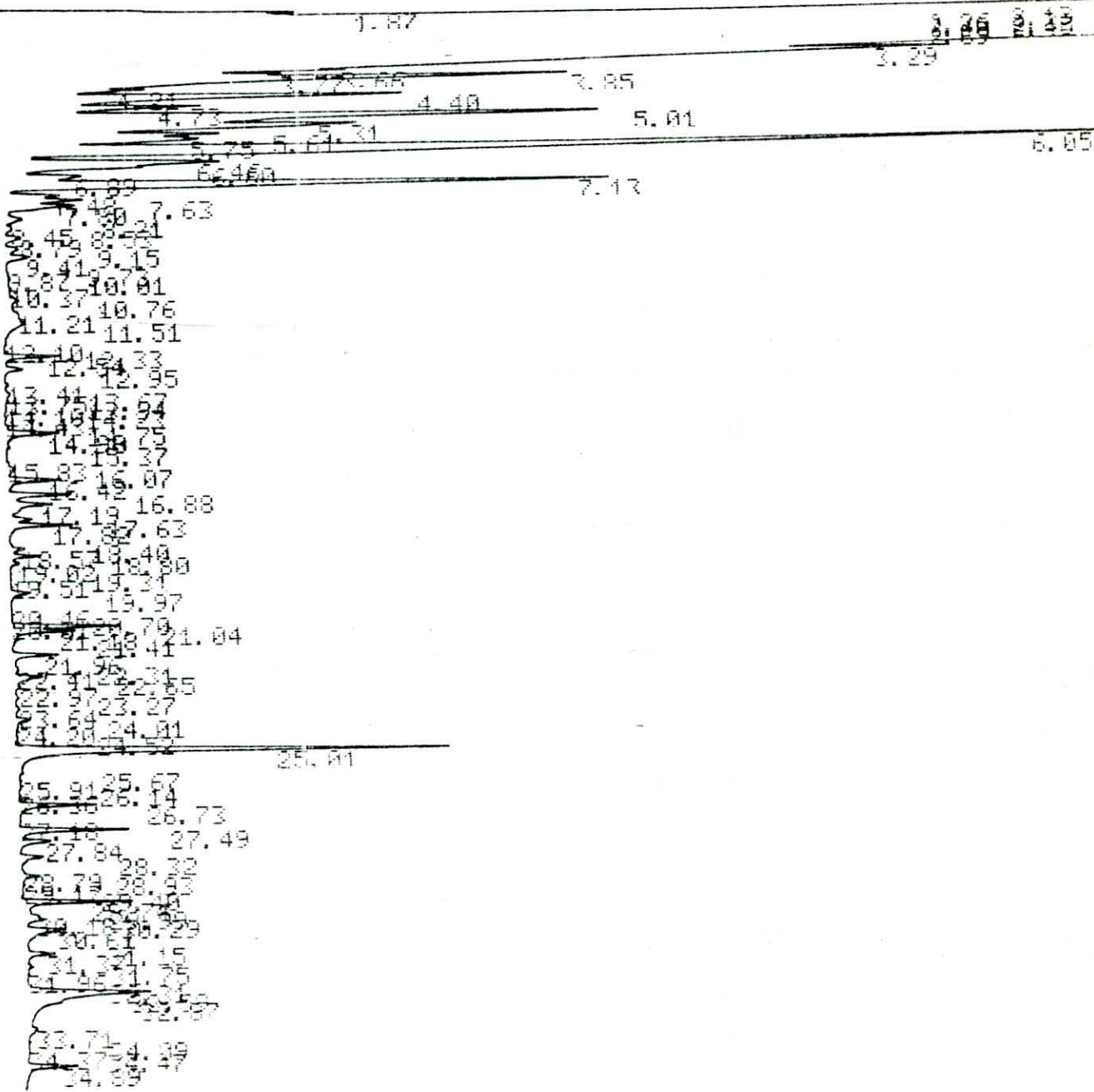
CHANNEL A

INJECT

RR:57:22

Chromatogram N:5

4^{ene}
= Coupe



AT= 64

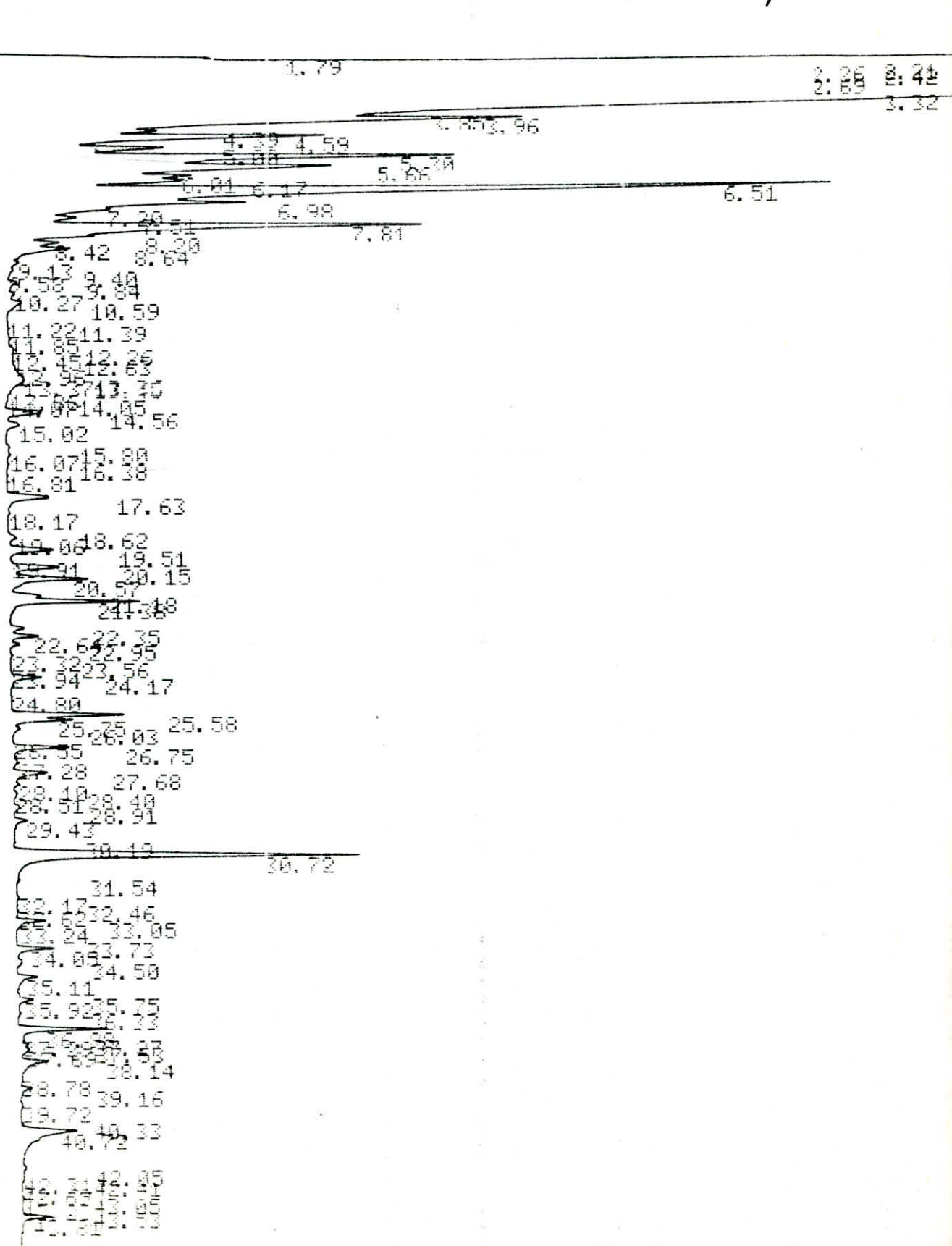
PT EVAL:

PT= 21.

1002 1000 1000
CHANNEL A INJECT 22:05:19 14:49:10

Chromatogram N=3

5^{cm}
Coupe



20.02 -

32.33 31.82

33.11

33.87

35.88 35.78

36.26

37.77

38.84

39.36 39.83

41.16

42.07

43.01 43.38

43.69 44.20

45.91 45.59 45.09

46.63

47.08

47.43 47.26

49.39 49.56

50.82 50.46

51.33 51.01

51.85

52.62 53.08

54.48 54.99

55.69 55.19

57.22 56.20

57.63 57.45

58.44 58.45

59.89 59.34

60.49 60.16

61.48

62.21 -

63.06 63.21

64.04 64.04

65.02 65.02

66.00 66.00

67.94 67.67

68.88 68.67

69.76 69.62

70.61 70.72

71.60

72.64 72.69

73.61 73.67

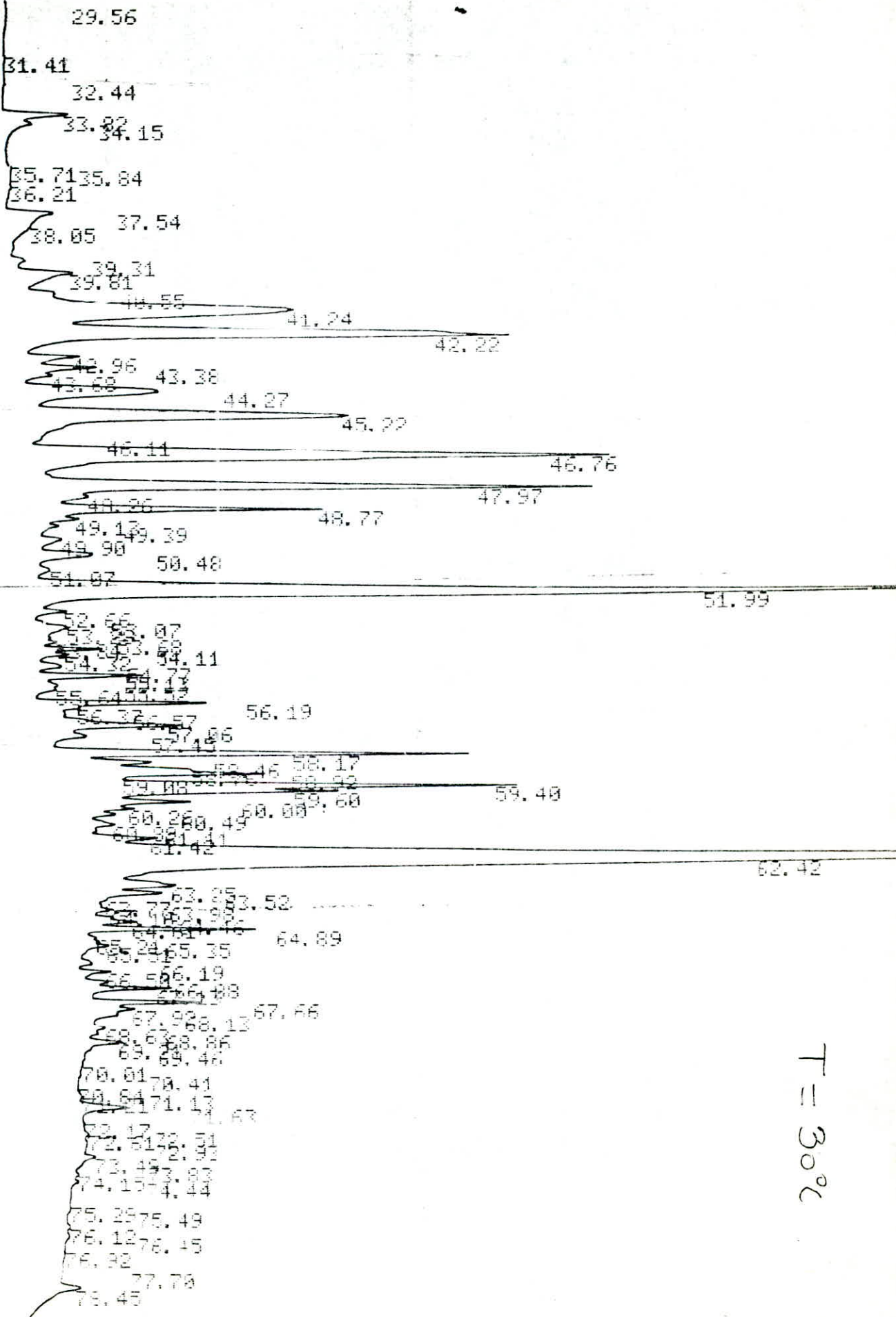
74.51 74.51

75.31 75.35

76.21 76.54

77.01 77.71

T = 25°C



T = 30°C

25.66

27.54

29.73

30.42

32.20 31.94

33.30

34.53

35.01

35.78

36.07

36.79

37.47

37.96

38.38

39.03

39.43

39.78

40.24

41.21

41.51

41.82

42.10

42.74

43.45

43.36

43.14

44.28

44.83

45.51

46.20

46.89

47.58

45.21

46.02

46.61

47.48

48.44

48.36

48.11

48.96

49.18

49.53

50.01

49.87

51.07

50.77

51.49

52.10

53.21

53.89

54.41

55.02

55.61

56.19

57.19

58.15

59.89

59.92

60.59

61.00

62.53

63.38

64.42

54.05

54.56

55.28

55.82

56.94

57.58

58.15

59.89

59.92

60.86

61.29

62.27

63.38

64.12

T = 40°C

731.00
31.89
3.74 33.44
45.35.85
39.36.58
37.10 37.41

3.45 39.93
39.41

40.30 40.45 40.73

42.55 42.97 43.81 44.63

45.54 46.23

47.05 46.65 47.45 48.34

48.69 48.95 49.48 50.04 50.68

51.51

52.20 52.30 52.35 52.38 52.40 52.42 52.44 52.46 52.48 52.50 52.52 52.54 52.56 52.58 52.60 52.62 52.64 52.66 52.68 52.70 52.72 52.74 52.76 52.78 52.80 52.82 52.84 52.86 52.88 52.90 52.92 52.94 52.96 52.98 53.00

54.75 55.32 56.62

57.05 57.72 58.28 58.59 59.14

59.63 59.82 60.44 61.81

62.77 62.65 63.05 63.45 63.85 64.25 64.65 65.05 65.45 65.85 66.25 66.65 67.05 67.45 67.85 68.25 68.65 69.05 69.45 69.85 70.25 70.65 71.05 71.45 71.85 72.25 72.65 73.05 73.45 73.85 74.25 74.65 75.05 75.45 75.85 76.25 76.65 77.05 77.45 77.85 78.25 78.65 79.05 79.45 79.85 80.25 80.65 81.05 81.45 81.85 82.25 82.65 83.05 83.45 83.85 84.25 84.65 85.05 85.45 85.85 86.25 86.65 87.05 87.45 87.85 88.25 88.65 89.05 89.45 89.85 90.25 90.65 91.05 91.45 91.85 92.25 92.65 93.05 93.45 93.85 94.25 94.65 95.05 95.45 95.85 96.25 96.65 97.05 97.45 97.85 98.25 98.65 99.05 99.45 99.85

71.12

71.85 72.04 72.49 72.94 73.39 73.84 74.29 74.74 75.19 75.64 76.09 76.54 77.00 77.45 77.90 78.35

Spectra-Physics

T = 50°C

~~36.87~~ ~~37.28~~
~~37.77~~
~~38.44~~
~~39.87~~ 39.52
~~40.32~~ 40.92
~~41.84~~
~~42.85~~
~~43.48~~ 43.88 43.89
~~43.96~~ 44.81
~~45.77~~ 45.57
~~46.25~~ 46.58 46.47
~~47.19~~ 47.69
~~48.65~~ 48.47
~~49.89~~ 49.89
~~50.17~~ 51.71
~~52.89~~ 55.89
~~53.75~~ 56.75
~~57.15~~ 58.44 57.87
~~58.20~~ 58.60
~~59.15~~ 59.70 59.34 58.83
~~60.57~~ 61.87
~~62.11~~
~~63.53~~ 62.86
~~64.58~~ 64.58
~~65.20~~ 66.83
~~67.63~~
~~68.74~~
~~69.89~~
~~70.47~~ 71.26
~~71.99~~
~~72.55~~
~~73.84~~
~~74.96~~
~~74.88~~ 74.88
~~75.84~~ 75.59
~~75.94~~ 76.37
~~76.65~~ 77.84
~~77.85~~ 77.98
~~78.44~~

T=60%

