

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLICUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

19/94

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT

Science Chimique
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET
contribution à l'étude
de la déterpensation de l'huile
essentielle d'orange douce
dans un évaporateur à film agité

Proposé par :
Pr. R. BELABES

Étudié par : M^{elle}
M. ADLI

Dirigé par :
Pr. R. BELABES
Et
M^{me}
S. Bouchtaoui

PROMOTION
93/94

زيت البرتقال تتكون من هيدروكربونات ترابية التي تشكل
الأغلبية ومركبات أكسجينية بنسبة قليلة.

يتمثل عملنا في عزل هذه الهيدروكربونات من زيت البرتقال عن
المركبات الأكسجينية بواسطة مبخر ذو غشاء رقيق مغلف.
شروط العملية هم التدفق والحرارة ونالج مرئية نلاحظ عنها ما يربح
التدفق بطيئ لكل حرارة.

لهدفين نستغلهم من هذه العملية الهيدروكربونات تستعمل في
المواد أو مستحضرات تجميلية والمركبات الأكسجينية تحفظ كل عنصر
الزيت وذوقها

Résumé

L'huile essentielle d'orange douce est constituée en majorité
d'hydrocarbures terpéniques et de composés oxygénés en moindre
proportion.

Notre travail consiste à séparer ces hydrocarbures terpéniques de
l'huile essentielle d'orange douce des composés oxygénés à l'aide
d'un évaporateur à film mince agité.

Les conditions opératoires sont le débit et la température. Les
meilleurs résultats sont obtenus à débits faibles pour chaque
température.

Un double objectif est tiré de cette opération, les terpènes sont
utilisés dans les produits cosmétiques et l'huile essentielle
enrichie en produits oxygénés garde ainsi son arôme.

Subject: Orange essential oil is composed mainly of terpenes and
oxygenated compounds.

Our work consist of separation of terpenes from the oxygenated
components with an agitated thin film evaporator. Conditions opera-
ting are flowrate and temperature. A better results are obtained
with weak flowrate for each temperature.

A double objective is deduced from this operation, the terpenes are
used in the cosmetic products and the oxygenated compound retain
all the aroma of the original essential oil.

ooOoo D E D I C A C E S ooOoo

A mes très chers parents

A ma grand mère Dahbia

A mon grand père Oussaad

A mes frères et soeurs

A mon beau frère Hassan

A mes oncles et à mes tantes

A mes cousins et à mes cousines

A mes amies et à mes camarades de classe

Je dédie ce modeste travail

REMERCIEMENTS



Le présent travail a été réalisé au département de génie chimique de l'école nationale polytechnique sous la direction de Monsieur R.BELABBES, Professeur à l'ENP et Mme S.BOUCHTAOUI Chargée de cours à l'ENP qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude pour leur aide et leurs conseils.

Qu'il me soit permis de remercier très sincèrement Mr T.AHMED ZAID chargé de cours à l'ENP et lui exprimer ma reconnaissance d'avoir bien accepté de présider le jury de cette soutenance et de m'avoir aidé pendant mes manipulations.

J'exprime mes remerciements et ma reconnaissance à Mr H.BENYOUCEF, Maître assistant à l'ENP, pour avoir accepté de faire partie du jury, de critiquer ce modeste travail et de m'avoir appris à utiliser le chromatographe du B9.

Mes remerciements vont également à Mr AIOUACHE maître assistant à l'ENP pour avoir accepté de faire partie du jury et de critiquer ce modeste travail.

Que Monsieur GAUER trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son aide et son soutien moral.

Je remercie également Mr DELLAH, M^{lle} SKANDER, ma cousine Faïza et tous ceux qui m'ont aidé de loin ou de près pour réaliser ce modeste travail.

ooOoo P L A N ooOoo

- Introduction Générale

A- PARTIE THEORIQUE

I- Les essences naturelles

II- Les agrumes

III- Les huiles essentielles d'agrumes

III.1- Composition chimique des huiles essentielles des
principaux agrumes

III.1.a- Orange douce

III.1.b- Citron

III.1.c- Bigarade

III.1.d- Bergamote

III.2- Principales propriétés physiques et organoleptiques
des essences des principaux agrumes

IV- La déterpénation des huiles essentielles

IV.a- Par extraction des produits oxygénés solubles dans
un alcool dilué ou d'autres solvants.

IV.b- La déterpénation par distillation fractionnée
sous vide

V- Distillation par évaporation à film tombant

V.1- Technique de la couche mince

V.1.a- Géométrie des films

V.1.b- Mécanique des écoulements des films

V.1.c- Mise en oeuvre des films et appareils à film
tombant

V.2- Distillation moléculaire

V.2.a- Définition

V.2.b- Libre parcours moyen

V.2.c- Libre parcours moyen de mélanges gazeux et leurs distributions.

V.3- Importance de l'épaisseur du film dans la distillation par évaporation

V.3.a- Cas du film tombant

V.3.b- Cas du film mécaniquement agité

V.4- Distribution des temps de passage en distillation par évaporation

B- PARTIE EXPERIMENTALE

B₁- Analyse de l'huile essentielle d'orange douce de Boufarik

a- Propriétés organoleptiques et physiques de l'huile essentielle

b- Analyse qualitative et quantitative de l'huile essentielle

B₂- Déterpénation de l'huile essentielle d'orange douce de Boufarik dans un évaporateur à film agité

a- Description de l'appareillage

b- Conditions opératoires

c- Mode opératoire

d- Résultats expérimentaux

e- Interprétation des résultats donnés par la chromatographie en phase gazeuse

Conclusion.

INTRODUCTION GENERALE

Un arôme naturel est un ensemble complexe et équilibré de substances.

si cet équilibre est faussé par la perte totale ou partielle d'un ou plusieurs constituants, l'arôme se trouve altéré.

Cependant, suivant son utilisation ultérieure, la présence de certains composés peut diminuer la qualité de l'extrait.

C'est le cas de la présence des terpène dans une huile essentielle d'agrumes dont les composés odorants essentiels sont les composés oxygénés, ces derniers lui confèrent un arôme raffiné et une solubilité importante dans l'alcool, qualités déterminantes pour la commercialisation des essences d'agrumes dans l'industrie alimentaire notamment.

L'amélioration de la qualité d'une huile essentielle d'agrumes passe donc par une opération de déterpénation par des techniques séparatives diverses.

Dans notre étude, nous proposons une distillation par évaporateur à film agité, technique très utilisée pour traiter des composés thermolabiles notamment lorsqu'elle est associée à un vide relativement poussé.

Cette technique associe les avantages d'une distillation sous pression réduite limitant les décompositions thermiques avec ceux du court trajet offert aux molécules par la présence du condenseur incorporé.

Le libre parcours moyen est ainsi amélioré et avec des conditions bien choisies peut permettre un réel fractionnement de l'huile essentielle.

L'utilisation complémentaire d'une action mécanique d'agitation permet d'améliorer les échanges de transfert de matière et de chaleur au niveau du film et offrir ainsi des conditions idéales pour l'obtention d'extraits de la qualité désirée.

Notre objectif sera de cerner les conditions physiques les meilleurs menant à un taux de déterpénation optimal que nous évaluerons grâce à des analyses par chromatographie en phase gazeuse.

PARTIE THEORIQUE

I- LES ESSENCES NATURELLES

Ce sont des produits liquides ou semi-fluides, huileux, presque toujours volatils et que certaines plantes renferment en proportions considérables. Ces essences sont des mélanges souvent très complexes de produits organiques appartenant aux classes les plus diverses.

Certaines essences sont localisées dans toutes les parties de la plante, comme le pin et le cannellier et d'autres dans une partie de la plante, le reste de celle-ci ne contenant aucun produit aromatique; c'est ainsi que l'essence de rose est localisée dans la fleur et celle de citron dans le zeste du fruit.

La variété des matières premières a nécessité l'introduction de différents modes d'obtention des huiles essentielles utilisant des moyens plus ou moins violents sans intervention d'agents chimiques trop énergétiques l'on peut citer :

- L'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.
- L'extraction par solvants volatils.
- L'extraction par épuisement au moyen de corps gras, faite à chaud et appelée macération ou à froid et dénommée enfleurage.
- L'extraction par expression utilisée pour les parties de la plante peu délicates, comme l'écorce [1] .

II- LES AGRUMES

Le mot agrume est un nom collectif provenant du latin "ACRUMEN" qui veut dire aigre [2] et désignant le citron et les fruits voisins tels que l'orange, pamplemousse, mandarine, bigaradier ou orange

amère etc... [3] .

Les agrumes semblent originaires de l'ASIE centrale, ils furent connues des peuples occidentaux à travers les compagnes d'ALEXANDRE LE GRAND et se sont répandus progressivement en PERSE, en MESOPOTANIE et enfin en EUROPE. L'oranger et citronnier ont été propagés par les Arabes du VIIIème au Xème siècle [2] .

Les agrumes appelés également citrus appartiennent à la classe des hespérides qui est elle même une subdivision de la famille des rutacés. Ils sont cultivés aujourd'hui pour leurs fruits comestibles dans des régions tempérées ou chaudes.

Le fruit est une baie cortiquée; sous l'épicarpe se trouve le mésocarpe renfermant dans sa région externe de nombreuses poches sécrétrices, ce dernier est coloré par des pigments caroténoïdes et à l'intérieur, il est spongieux et blanchâtre.

L'endocarpe est formé de quartiers remplis de poils vésiculeux gorgés de suc entourant les graines, c'est la pulpe comestible chez de nombreuses espèces dont on extrait le jus par expression.

Le zeste est la partie externe du péricarpe et appelé "ECORCE" Les graines comportent plusieurs embryons.

Les feuilles sont simples, souvent blanches et parfois trifoliées ont cinq sépales soudés, cinq pétales épais libres et de nombreuses étamines réunies en faisceaux [2] .

III- LES HUILES ESSENTIELLES D'AGRUMES

Elles sont surtout constituées par des hydrocarbures terpéniques dont le principal est le limonène mais qui participent peu à l'arôme. Ce dernier est dû à des alcools et des aldéhydes alipha-

tiques, parfois à l'antranilate de méthyle [2] .

Les qualités ou les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles dépendent de plusieurs facteurs entre autres:

- De la région de production, de la nature du sol et de l'âge de l'arbre (jeune ou vieux).
- Les variations climatiques, de la pluviométrie, de la saison de croissance et de la récolte, [4] .
- Du mode d'extraction qui, pour les huiles essentielles d'agrumes dans l'industrie, est fait par expression à froid, en procédant par scarifications mécaniques et entraînement de l'huile essentielle par un courant d'eau, l'essence étant séparée par décantation [1] .

III.1 COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES ESSENTIELLES DES PRINCIPAUX AGRUMES

Parmi les principaux agrumes, on citera l'orange douce, le citron, la bigarade ou orange amère et la bergamote. La composition de leurs huiles essentielles s'établit comme suit:

III.1.a- ORANGE DOUCE [4]

Orange de FLORIDE

L'huile essentielle contient 90,4 % de d-limonène, de l'aldéhyde décyclique, du citral, d'alcools nonylique et du linalol.

ORANGE DE CALIFORNIE

L'huile essentielle contient 90 % de limonène, l'aldéhyde décyclique du citral, d'alcools octyliques et oléfiniques, du linalol, d'acides formique et acétique, d'acides caprique et caprilique.

ORANGE DE GUINEE

L'huile essentielle contient 95 à 96 % de terpènes (myrcène, d-limonène, limonène, terpinolène et terpènes aliphatiques) 1,6 % d'aldéhydes (en C₈, C₉, C₁₀ et du citral sous forme de traces), 0,6 à 0,8 % d'alcools volatiles et d'esters (alcools C₈, C₁₀, nérol, géraniol, d-linalol, d-terpinéol, farnésol ou nérolidol en traces) et 0,8 % de résidu (acide caprilique, carotène, xanthophylles et phytostérol).

ORANGE D'ITALIE

Elle est constituée de 80 % de limonène pur, de 12 % de terpinolène et d'environ 8 % d' α terpinène, d'aldéhyde décyclique, de citral, de linalol, d'alcool nonylique, d'anthranilate, de méthyle et d'auraptène ou coumarine.

ORANGE DU JAPON

Son huile essentielle contient 94,6 % de d-limonène et le reste réparti entre alcools (linalol, terpinéol, alcool nonylique) aldéhyde décyclique et ester.

III.1.b- CITRON

Son huile essentielle contient de 3,5 à 6 % de citral, de 90 à 92 % de limonène, d' α et β pinène, de p cymène, de 2 à 4 % de résidu, de linalol et de 1 % de citronellal, d'aldéhyde de la linalyle, de géranyle [5] .

III.1.c- BIGARADE "ORANGE AMERE"

Son huile essentielle est sensiblement identique à celle de l'orange douce. [5]

III.1.d- BERGAMOTE

L'huile essentielle est constituée de plusieurs terpènes principalement le d-linonène, l' α -pinène et d'autres dérivés tels que l'octylène, le bisabolène, l'éther acétique, le linalol, le nérol, le terpinéol et 5 % de berg à bergamotène inodore [5])

III.2- PRINCIPALES PROPRIETES PHYSIQUES ET ORGANOLEPTIQUES DES ESSENCES DES PRINCIPAUX AGRUMES

Nous avons résumé dans les tableaux (1) et (2) ci-dessous, les principales propriétés physiques des huiles essentielles d'agrumes.

Tableau 1: L'huile essentielle d'orange douce

Propriétés physiques	Floride	Californie	Guinée	Brésil	Italie	Inde de l'ouest	Espagne	Pales-tine
Densité d_{25}^{25}	0,842 à 0,846	0,844 à 0,845	0,843 à 0,845	0,842 à 0,848	0,843 à 0,846	0,842 à 0,847	0,847 à 0,852	0,845
Pouvoir rotatoire: $[\alpha]_D^{25}$	96°0' à 96°0'	93°1' à 97°0'	93°47' à 97°45'	94°30' à 97°45'	94°30' à 97°52'	95°50' à 97°8'	94°37' à 98°52'	90°0' à 93°27'
Indice de réfraction n_D^{20}	1,4723 à 1,4742	1,4737 à 1,4741	1,4721 à 1,4735	1,4723 à 1,4747	1,4728 à 1,4739	1,4720 à 1,4740	1,4750 à 1,4760	1,4730
Résidu d'évaporation	1,6 à 4,5 %	3,5 à 5,5 %	1,2 à 2,5 %	2,0 à 4,8 %	1,6 à 3,3 %	1,0 à 3,9 %	6,1 à 9,6 %	3,9 %

Tableau 2: Les huiles essentielles des autres types d'agrumes

Propriétés physiques	citron	Bigarade	Bergamote
d à 15°C	0,856 à 0,861	0,852 à 0,857	0,881 à 0,886
$[\alpha]_D^{20}$	47° à 61°C	89° à 94°	8° à 22°
n_D^{20}	1,474 à 1,476	1,473	1,464 à 1,468

Par ailleurs, nous avons reporté dans le tableau (3) les caractéristique organoleptiques et physico-chimiques de l'huile essentielle d'orange douce de type Guinée selon la norme AFNOR NFT 75-203

Tableau 3: Les caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques de l'huile essentielle d'orange douce de Guinée

CARACTERISTIQUES ORGANOLEPTIQUES		
Aspect	Couleur	Odeur
Liquide limpide mobile qui peut devenir trouble pour refroidissement	Jaune à Orange	Caractéristique du zeste d'orange
CARACTERISTIQUES PHYSIQUES		
d_{20}^{20}	n_D^{20}	$[\alpha]_D^{20}$
0,842 à 0,850	1,470 à 1,476	+ 94° à 99°
CARACTERISTIQUES CHIMIQUES		
Résidu d'évaporation	Point d'éclair	Indice de carbonyle
1 à 5 %	58°C	3 à 11

IV- LA DETERPENATION DES HUILES ESSENTIELLES

Les huiles essentielles d'agrumes sont composées en majorité de terpènes et de leurs dérivés oxygénés, ce sont en fait ces derniers qui sont responsables de l'odeur. Les terpènes et les sesquiterpènes contribuent, à un degré moindre, à l'arôme global.

Par ailleurs, les produits oxygénés sont caractérisés par une bonne solubilité dans l'alcool dilué, à l'exception de certains aldéhydes possédant une grande résistance à l'oxydation et à la résinification [7] .

Par contre, les terpènes, à cause de leur caractère insaturé s'oxydent et se résinifient au contact de l'air et de la lumière provoquant une dégradation de l'odeur et de la saveur et ayant donc pour effet de diminuer la solubilité de l'huile essentielle dans l'alcool.

La déterpénation est l'opération qui consiste à débarrasser l'essence de ces composés terpéniques dont le principal est le limonène [1] , l'essence ainsi déterpénée est enrichie en composés oxygénés et aura donc une meilleure solubilité dans l'alcool dilué et retiendra tout l'arôme et la saveur de l'huile originale.

Différentes méthodes de déterpénation ont été envisagées suite aux différences de composition. l'on citera l'extraction par solvants et distillation fractionnée sous vide.

IV.a- LA DETERPENATION PAR EXTRACTION DE CONSTITUANTS OXYGENES SOLUBLES DANS UN ALCOOL DILUE OU D'AUTRES SOLVANTS

La méthode est décrite et brevetée par DIJCK et RUYS [8] dans cette technique d'extraction utilise deux solvants partiellement solubles

l'un dans l'autre s'écoulant à contre courant à travers un cylindre horizontal en verre, l'huile envoyée entre ces deux solvants, pentane et alcool méthylique se partage. Les terpènes se dissolvent dans le pentane formant ainsi une phase et les dérivés oxygénés se solubilisent dans la phase d'alcool méthylique. Les deux phases sont ensuite séparées.

IV.b- LA DETERPENATION PAR DISTILLATION FRACTIONNEE SOUS VIDE

Plusieurs tentatives ont été entreprises en vue d'améliorer l'huile essentielle distillée en modifiant le processus de distillation. Ainsi PERATONER et SCARLATA à Palermo en Sicile, avant la première guerre mondiale, ont breveté le procédé de distillation sous pression réduite [4] .

Cette méthode porte d'ailleurs le nom de "Peratoner process" la totalité du fruit est hachée et le mélange jus, l'huile est immédiatement distillé sous pression réduite tout en gardant la température aux environs de 50 à 60°C.

Une quelconque augmentation de la température affectera l'huile résultante qui sera déficiente en aldéhyde et aura de faibles odeur et saveur [4] .

NICHOLS [9] suggère de préparer en premier lieu l'huile concentrée par distillation sous vide et de la transférer dans un distillateur muni d'une colonne de fractionnement efficace et bien étanche, pour obtenir le plus haut vide possible.

Si la pression dans la colonne est au dessus de 1 mm Hg l'huile qui en résultera sera détruite ou altérée et de qualité inférieure.

- Les diverses fractions obtenues sont testées par leur solubilité

dans l'alcool à 80 % .

En règle générale, celles qui manifestent à 20°C, la solubilité d'une part d'huile dans neuf volumes d'alcool sont regroupées pour former une huile débarrassée de ses sesquiterpènes.

Les rendements observés sont habituellement de 2,5 % pour les huiles d'orange de Palestine, et de 2 % pour celles de l'INDE de l'ouest et de RHODESE.

BENETT [10] rapporta les caractéristiques physico-chimiques des huiles d'oranges déterpénées de Palestine, de Guinée, d'Afrique du sud et même, d'autres types d'oranges, Quant à BERTE [11], il rapporte l'étude des caractéristiques de l'huile d'orange déterpénée d'Italie.

Ces résultats sont regroupés dans le tableau 4 suivant.

Tableau 4: Caractéristiques physico-chimiques des huiles déterpénées de différentes origines

a- Selon BENETT

Caractéristiques physiques	Les autres types d'oranges
d à 15,5°C	0,8926 à 0,9094
$[\alpha]_D$ à 15,5°C	27°0' à 33°0'
Teneurs en aldéhydes	29,5 à 36,5 %
Teneurs en alcools libres	37,0 à 44,9 %
Teneurs en esters	8 à 12 %
Huiles d'orange déterpénées de Palestine, de Guinée et d'Afrique du Sud	
Teneurs en aldéhydes	40 à 45 %
Teneurs en alcools libres	baisse de 20 % à 30 %

b- Selon BERTE

Caractéristiques physico-chimiques	l'huile d'orange d'Italie déterpénée
d à 15°C	0,8831 à 0,9000
[α] _D à 15°C	+31°0' à 43°20'
Teneurs en acétates	14,8 %
Teneurs en aldéhydes et en esters	25,34 à 43,35 %
Solubilité	Soluble dans 75 % d'alcool et 80 % d'alcool

LEONE [5] a étudié les meilleures conditions de séparation des composés oxygénés des terpènes. Ainsi il traita 5 kg de terpènes de citron naturel d'ITALIE contenant 5,35 % de citral, par distillation fractionnée répétée sous 25 mm Hg et obtint 4,440 kg de terpènes et 0,401 kg d'huile déterpénée.

Cependant, il constata que les sesquiterpènes n'étaient pas éliminés. Après une seconde distillation fractionnée sous 20 mm Hg, il obtint des fractions de pouvoir rotatoire compris entre 0 et - 4 contenant 60,5 % de citral et soluble dans 1 à 1,5 volumes d'alcool à 70 %.

Le rendement de cette déterpénation était évalué à 5,36 %. Actuellement, une autre méthode de déterpénation des huiles essentielles de citrus utilisant le dioxyde de carbone supercritique apparaît comme une alternative aux deux procédés cités précédemment; son avantage étant la faible température opératoire et l'absence de résidu de solvant [12] .

Quand à notre étude nous retiendrons la distillation sous pression réduite, par évaporation à film tombant.

V- DISTILLATION PAR EVAPORATION A FILM TOMBANT

Une opération de distillation classique peut se faire notamment par distillation simple discontinue (vaporisation progressive simple) ou par distillation simple continue dans des appareils à film tombant. si dans le premier cas, la charge introduite dans le bouilleur est chauffée et vaporisée progressivement en donnant la vapeur qui est condensée et recueillie sous forme de distillat, dans un système à film tombant, le produit s'écoule d'une façon continue, selon un débit uniforme depuis le récipient de dosage sur la paroi chauffée.

Il y est étalé par un dispositif en rotation en un film très mince qui s'écoule vers le bas.

Cette technique est couramment appelée technique de la couche mince. [13]

V.1- TECHNIQUE DE LA COUCHE MINCE

Les principaux objectifs que trouve le principe de l'étalement d'une phase liquide en un film de faible épaisseur sur une surface solide, sont de meilleurs transferts de chaleur et de matière. En effet, la surface solide supportant le film, par son chauffage ou son refroidissement, permet d'induire un phénomène de transfert thermique dans le liquide en écoulement, tandis que la surface libre du film offre la possibilité d'un transfert de matière entre le liquide et son environnement immédiat nécessairement gazeux. Les principes qui régissent cette technique s'analysent par une approche en trois étapes considérant la géométrie, la mécanique d'écoulement et enfin la mise en oeuvre des films [14].

V.1.a- GEOMETRIE DES FILMS

L'importance des échanges de matières est conditionnée par les aires au travers desquelles se font les transferts. Un rapport surface/volume élevé est le trait majeur qui caractérise les liquides mis sous forme de films.

Les valeurs prises par ce rapport, habituellement comprises entre 500 et 2000 m^2/m^3 , sont intéressantes, du côté de la paroi supportant le film, pour les échanges thermiques.

Et du côté de la surface libre, pour les échanges de matière. L'épaisseur du film jouant en faveur de ces échanges ne peut constituer qu'une résistance réduite puisque la couche est mince. Ainsi, le volume du liquide étalé en couche mince est faible et entraîne un temps de séjour court des produits traités [14].

V.1.b- MECANIQUE DES ECOULEMENTS DES FILMS

- Différentes propriétés des films liquides sont directement dépendantes de la mécanique de leur écoulement.

- La principale propriété des écoulements en film est l'homogénéité du liquide descendant, sous l'effet de la gravité le long de la paroi verticale.

Bien qu'elle soit influencée par le régime d'écoulement, cette homogénéité reste nettement meilleure que dans la plupart des cas où le liquide est traité en masse, c'est pour cette raison les films mécaniquement agités qui sont le siège d'une forte turbulence améliorent encore l'homogénéité du liquide traité.

- La turbulence dans le film explique l'amélioration des transmissions thermiques tandis que pour le transfert de matière entre le

liquide et le gaz, c'est le renouvellement de surface, intense et permanent qui se produit principalement dans les films agités qui permet le meilleur échange de matière [14].

V.1.c- MISE EN OEUVRE DES FILMS ET APPAREILS A FILM TOMBANT

- La mise en oeuvre de ces films dans des appareils à film tombant constitués essentiellement par une surface cylindrique chauffée sur laquelle ruisselle le produit à distiller.

- Le distillat est recueilli sur une surface cylindrique coaxiale refroidie.

Il existe des appareils comportant plusieurs cylindres chauffants superposés, leurs températures augmentent du cylindre supérieur au cylindre inférieur; on peut ainsi obtenir plusieurs fractions en un seul passage. Le liquide ruisselant sur la paroi cylindrique ne couvre pas toute la surface et pour pallier cet inconvénient, les appareils modernes à film tombant sont munis d'un dispositif supplémentaire, agitateur rotatif qui répartit le liquide alimenté et assure le recouvrement total de la surface.

V.2- DISTILLATION MOLECULAIRE

V.2.a- DEFINITION

Lorsque des produits à traiter sont extrêmement thermolabiles et de volatilité réduite, la pression de travail durant une opération d'évaporation peut devoir être baissée jusqu'à des valeurs de l'ordre de 10^{-4} Pa, voire inférieures. Dans ces conditions le libre parcours moyen λ_m des molécules est défini comme étant la distance moyenne parcourue par les molécules entre deux collisions,

peut atteindre plusieurs centimètres et varier rapidement avec la dimension de la molécule.

En situant à proximité de la surface chauffante d'évaporation, une surface refroidie faisant office de condenseur, il est possible de réaliser un flux gazeux s'établissant dans le sens de la première surface citée vers la seconde.

Selon l'écartement adopté entre ces surfaces, les molécules de plus petites dimensions atteindront le condenseur et y seront captées tandis que les plus grandes resteront ou retourneront dans la phase liquide suivant la température de travail adoptée.

Donc pour un mélange complexe vaporisé de cette manière, on obtient non seulement une concentration mais encore un réel fractionnement des composés du mélange, suivant l'importance de leur masse moléculaire.

Ce procédé est connue sous le nom de la distillation moléculaire à court trajet [15] en terme de nécessité physique, cette distillation signifie que la distance entre la surface de l'évaporateur et la surface du condenseur est plus faible que le libre parcours moyens des molécules à la pression considérée.

Dans une large unité de distillation à court trajet, on peut opérer avec une alimentation en produit de $300 \text{ Kg/m}^2\text{h}$, et ceci seulement sous une pression allant de 10^{-3} à 1 mbar [15].

Pour une distillation pure avec un libre écoulement du film, les taux d'évaporation sont décrits par l'équation de LANGMUIER et de KNUDSEN comme suit [15].

$$G = 1500 P (M / T)^{1/2}$$

Où G désigne le débit spécifique en Kg/m²h

M la masse moléculaire, P la pression de vapeur en mbar et T température absolue en K.

V.2.b- LIBRE PARCOURS MOYEN

Au cours d'une opération de distillation chaque molécule individuelle d'un gaz entre en collision avec sa voisine continuellement dans l'espace qui les confine, avec de très grandes vitesses en provoquant une trajectoire en zig-zag dans son mouvement. La distance parcourue par une molécule entre deux collisions est appelée "libre parcours" et la distance moyenne parcourue par toutes les molécules entre les collisions est appelée "libre parcours L_m". Son amplitude varie sensiblement comme la température absolue T, comme l'inverse de la pression et comme l'inverse du carré du diamètre moléculaire moyen. on pourra écrire

$$L_m = K T / P D^2 \quad (2)$$

Cette valeur du libre parcours moyen L_m est déterminée à partir des considérations suivantes:

- Les molécules ne sont pas des points géométriques, mais assimilées à des sphères ayant des diamètres finis.
- La nature des molécules est telle que, quand elles se rapprochent l'une de l'autre un point est atteint où une répulsion entre en jeu et un changement de direction a lieu.

Cette distance dite «*o*» est un diamètre effectif identifié aux "diamètre de collision" séparant les centres des deux molécules au

point de rapprochement minimum.

Ce diamètre de collisions est donc calculé comme suit :

$$L_m = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot \eta \cdot \sigma^2} \quad (3)$$

σ : diamètre effectif de chaque molécule

n : nombres de molécules de gaz par cm^3 [16]

V.2.c- LIBRE PARCOURS MOYEN DES MELANGES GAZEUX ET LEURS

DISTRIBUTIONS

Dans une distillation moléculaire, il y a présence d'un mélange de gaz composé de molécules à distiller et de molécules d'air résiduelles. Cette situation diffère de celle décrite auparavant où seulement une espèce est considérée.

Dans le cas simple de deux espèces, par exemple, l'une étant l'air résiduel et l'autre le mélange à distiller, le libre parcours moyen s'écrira:

$$L_{m1,2} = \frac{1}{\pi \left(\frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} \right)^2 \eta \sqrt{\left(1 + \frac{M_1 T_2}{M_2 T_1} \right)}} \quad (4)$$

Où $L_{m1,2}$ est le libre parcours moyen des molécules (1) dans les molécules (2).

M_1, M_2 : les masses moléculaires des gaz 1 et 2

σ_1, σ_2 : leurs diamètres de collision

η : est la concentration ou le nombre de molécules par unité de volume du mélange de gaz.

T_1 et T_2 : les températures cinétiques associées aux molécules (1) et (2) définies par l'équation suivante :

$$Pv = (1/3) m n c^2 = R T \quad (5)$$

Où P et v désignent la pression et le volume du gaz, m la masse d'une molécule, n leur nombre et c la vitesse moyenne quadratique des molécules ou vitesse efficace.

Quand au diamètre de collision σ exprimé en cm, il est donné par l'expression :

$$\sigma = 1,32 \cdot 10^{-8} \left(\frac{M}{\rho} \right)^{1/3} \quad (6)$$

Où ρ est la masse volumique du liquide et M sa masse moléculaire.

- La distillation des libres parcours moyens pour un groupe donné de molécules présente un intérêt spécial pour la distillation moléculaire. En effet, considérons un groupe N_0 de molécules à l'instant $T = 0$.

Après un laps de temps t une fraction de ce groupe réalisera des collisions avec une fréquence de choc ω , celles qui restent continuent leurs parcours sans collisions.

Soit N le nombre de ces dernières molécules au temps t , on démontre que:

$$\frac{N}{N_0} = e^{-L/L_m} \quad (7)$$

Où L est la distance parcourue par une molécule jusqu'à un temps t sans subir de collisions, L_m le libre parcours moyen et N/N_0 la fraction de molécules qui parcourt une distance L sans collisions [16] .

V.3- IMPORTANCE DE L'ÉPAISSEUR DU FILM DANS LA DISTILLATION PAR ÉVAPORATION

L'épaisseur du film conditionne à elle seule plusieurs de ses propriétés.

C'est un paramètre primordial qui dépend de la structure de la couche mince, elle même dépendant de la nature du film, tombant, ou agité

V.3.a- CAS DU FILM TOMBANT

C'est un film résultant de la simple action de la pesanteur; la phase liquide est en contact avec un milieu gazeux stagnant et l'écoulement est isotherme.

- Les notions de la mécanique des fluides prennent en compte l'épaisseur du film par l'intermédiaire du nombre de REYNOLDS défini par la relation:

$$R_o = \frac{u \epsilon}{\nu} \quad (8)$$

Où u est la vitesse moyenne du film en (m/s), ϵ l'épaisseur moyenne du film en m et ν la viscosité cinématique du liquide traité en m^2/s .

Ce nombre de REYNOLDS pourra s'écrire en considérant les débits volumiques q_v et Q_v

$$R_o = \frac{Q_v}{\nu} \quad (9) \quad [14]$$

En effet, si q_v et Q_v désignent respectivement le débit volumique du liquide traité et ce même débit rapporté à l'unité de longueur du périmètre mouillé de l'appareil cylindrique de diamètre ϕ , on

pourra écrire:

$$q_v = \pi \phi \varepsilon u = \pi \phi Q_v \quad (10)$$

V.3.b- CAS DU FILM MECANIQUEMENT AGITE

Le film agité a été développé pour surmonter les limites du film tombant. En effet le gradient de température externe et la concentration de la température en un point chaud sont réduits largement par l'agitation mécanique ou l'agitation du film qui s'ajoute à la force de gravitation causée par le film.

Cette action a un double effet en ce sens qu'elle impose au liquide, une trajectoire hélicoïdale tandis que l'énergie communiquée par le dispositif d'agitation développe la turbulence du film en modifiant continuellement sa structure dans ce cas, l'écoulement devient fort complexe [17].

V.4- DISTRIBUTION DES TEMPS DE PASSAGE EN DISTILLATION PAR EVAPORATION

Si l'on représente par V en m^3 , le volume de liquide contenu dans un appareil exploité en régime continu et q_v en m^3/s , le débit volumique de ce liquide alimenté en continu, le temps de passage moyen t en s dans l'appareil est défini par le rapport :

$$t = (V / q_v) \quad (11)$$

Dans les appareils à film mécaniquement agité le temps de passage moyen est plus long.

Le temps de passage, pas plus que l'épaisseur du film, ne peut être calculé pour les appareils, à couche mince agitée sans une information complémentaire relative au type de construction [14].

En conclusion, la distillation sur couche mince ou moléculaire permet d'aboutir à une séparation physique en exploitant la température d'ébullition des différents composés et en associant le vide pour les composés thermolabiles comme c'est le cas des composés terpéniques des huiles essentielles d'agrumes.

PARTIE EXPERIMENTALE

B- PARTIE EXPERIMENTALE

- Le but de notre étude sera de cerner les conditions optimales de déterpénation de l'huile essentielle d'orange douce d'Algérie à l'aide d'un évaporateur à film agité.
- L'ensemble de nos expériences se fera donc sur des échantillons d'orange douce extraite à l'ENAJUC de Boufarik obtenue par expression à froid.

Afin d'estimer le mieux possible le taux de déterpénation de cette essence, il est impératif de procéder à une analyse chromatographique qui permettra d'identifier certains composés majoritaires et d'évaluer leurs teneurs.

Ba- ANALYSE DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE BOUFARIK

a- PROPRIETES ORGANOLEPTIQUES ET PHYSIQUES DE L'HUILE

ESSENTIELLE

Tableau 4: Propriétés organoleptiques et physiques de l'huile essentielle

Odeur	Caractéristiques du zeste d'orange
Aspect	Liquide mobile, limpide
Couleur	Orange
d à 25°C (g/cm ³)	0,8462
$[\alpha]_D^{25^\circ C}$	+ 94°
ν (m ² /s)	$1,33 \cdot 10^{-3}$
$n_D^{24,8^\circ C}$	1,471

La lecture de ces caractéristiques indique une densité relativement faible proche de celle des monoterpènes de même que l'indice de réfraction.

Ceci nous renseigne sur une tendance à majorité terpénique quant à la composition chimique de l'huile.

b- ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE DE L'HUILE ESSENTIELLE

- CONDITIONS CHROMATOGRAPHIQUES

- Les analyses chromatographiques ont d'abord porté sur l'identification des composés présents en proportions appréciables dans l'huile essentielle.

Pour cela, nous avons effectué des injections sur un appareil chromatographique de type GCHP 5890 A couplé à un spectromètre de masse HP 5971 A.

- La colonne chromatographique est une HP1 (100 % méthyl silicone) de longueur 25 m, de diamètre interne 0,2 mm et d'épaisseur du film 0,33 μm .

- Les conditions chromatographiques sont:

+ Température de colonne:

50°C en isotherme pendant 10 mn puis programmation de température à raison de 10°C/mn jusqu'à 250°C pendant 10 mn.

+ Température de la chambre d'injection: 300°C

+ Gaz vecteur hélium dont le débit est de 1 cc/mn.

Dans le but d'évaluer le taux de déterpénation, l'huile essentielle ainsi que les fractions obtenues après distillation par évaporation à couche mince ont été analysées dans un appareil chromatographique en phase gazeuse de type PYE UNICAM série 304 muni d'un

détecteur à ionisation de flamme et d'un intégrateur de type PYE UNICAMPU 4810 Computing integrator Philips.

La colonne capillaire utilisée est de type OV101 (100 % méthyl silicone) de longueur 25 m, de diamètre intérieur 0,22 mm et d'épaisseur du film 0,25 μm .

Les conditions chromatographiques sont:

- Température de colonne: 80°C en programmation de température jusqu'à 150°C à raison de 3°/mn.
- Température de la chambre d'injection: 250°C
- Température du détecteur : 300°C
- Gaz vecteur est l'azote dont le débit est de 50 ml/mn.

b2- RESULTATS

- L'analyse par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse a donné le chromatogramme de l'huile essentielle d'orange douce représenté en fig. 1. Cette analyse étant réalisée au CRD de Boumerdès.

- Nous remarquons un pic de forte proportion et quelques pics de proportions plus faibles.

- Les différents spectres de masses données par l'appareil ont été comparés aux spectres existant dans la banque de données de l'appareil.

Nous avons pu ainsi en comparant ces spectres avec ceux donnés par SYLVERSTEIN [18] identifier quelques composés dont: le limonène, le α pinène, le myrcène, le α phellandrène, le α terpinène, le γ terpinène et le terpinolène et dont les spectres de masse sont données par les figures 2 jusqu'à 10.

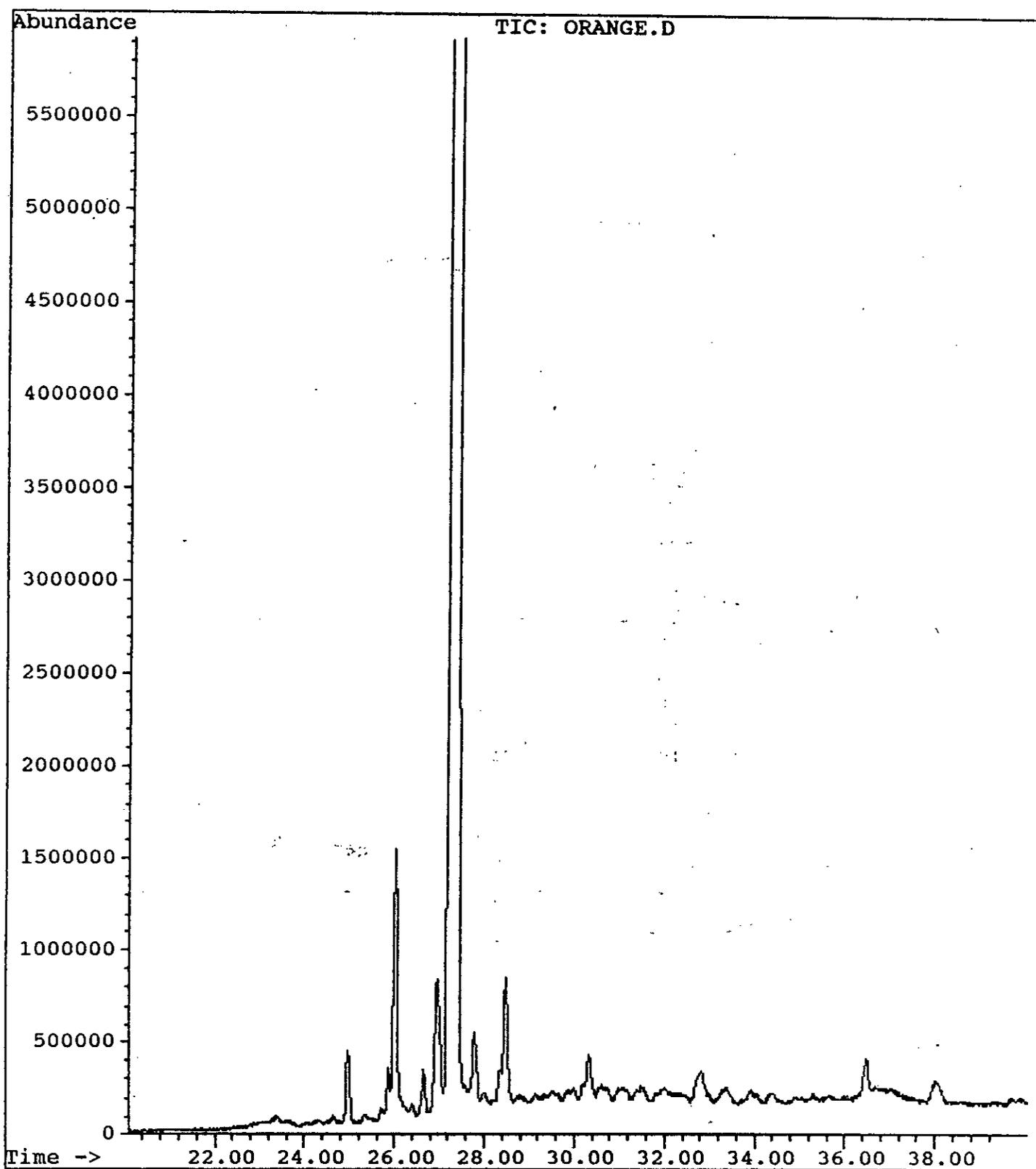


fig1 chromatogramme de l'huile essentielle
d'orange douce

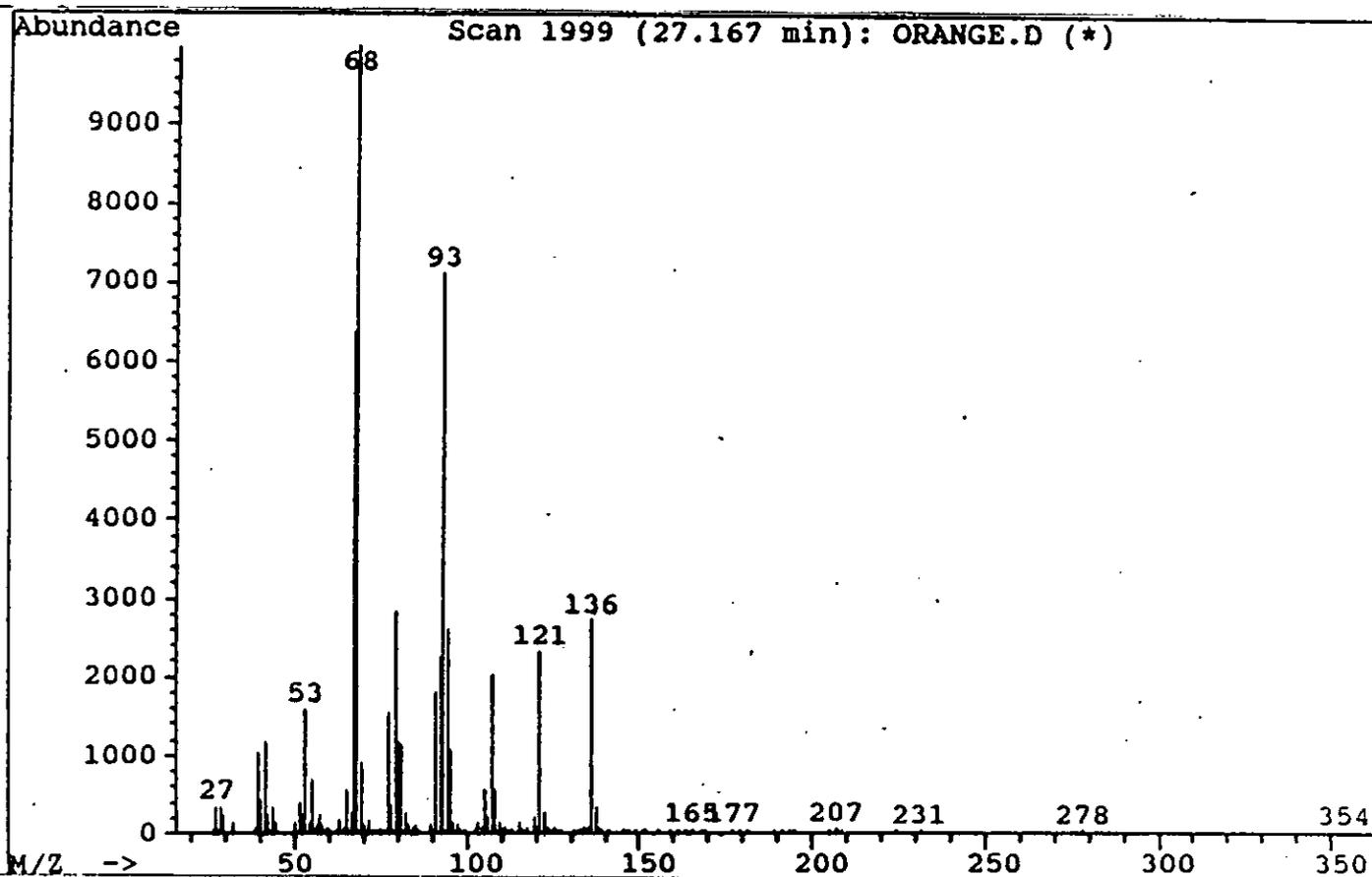


fig2 spectre de masse du limonene

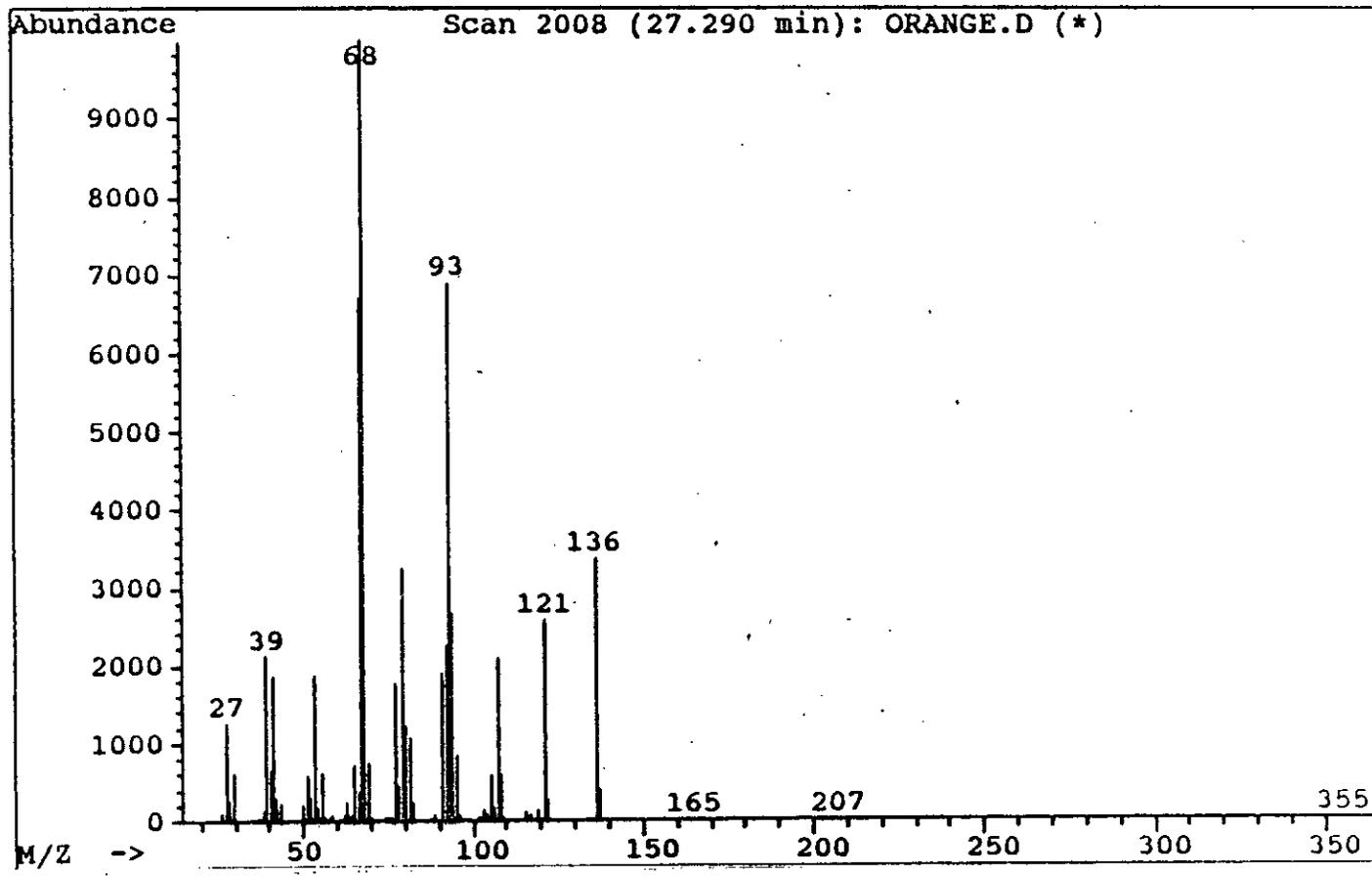


fig 3 spectre de masse du d-limonene

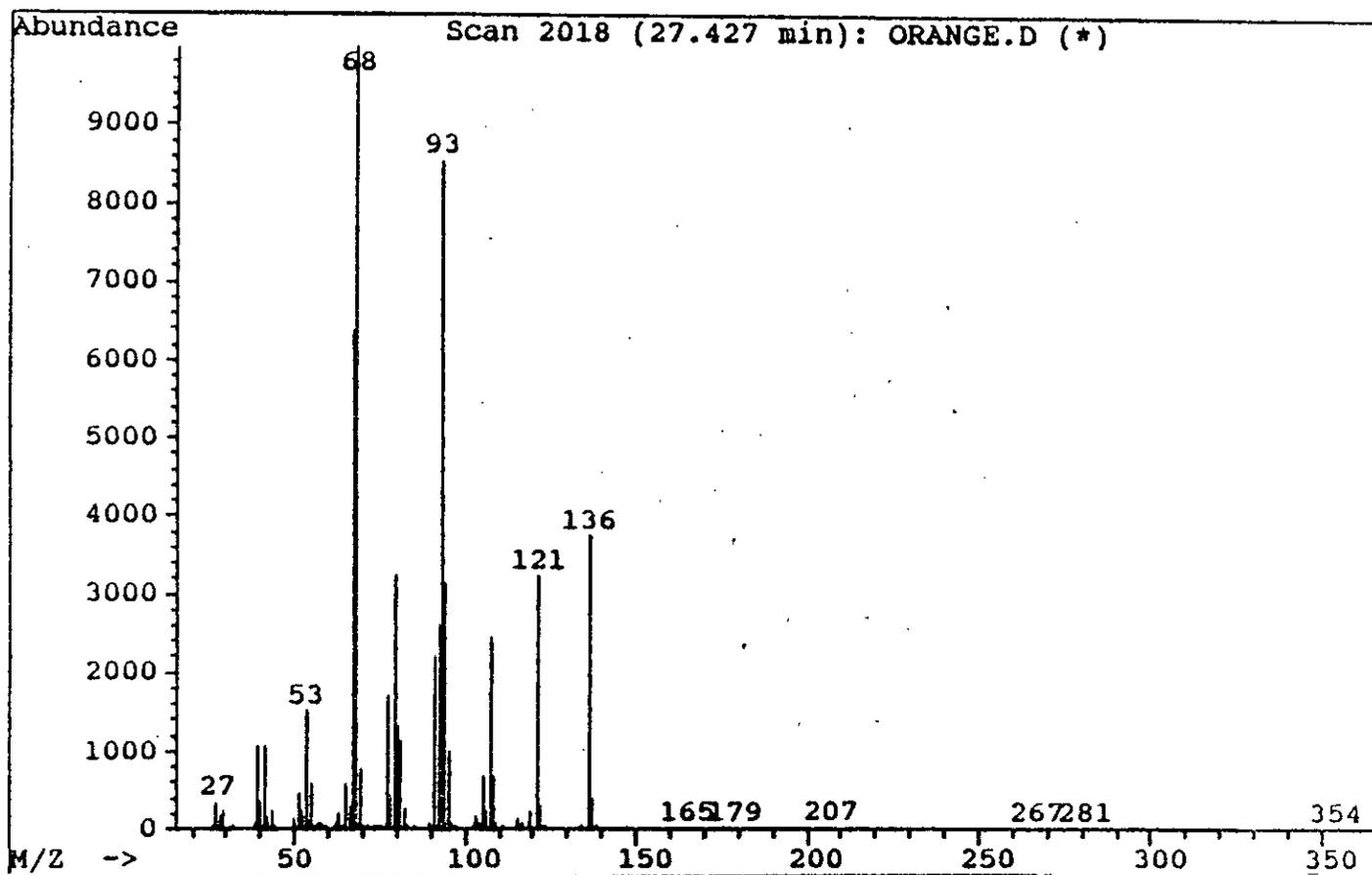


fig 4 spectre de masse du d-limonene

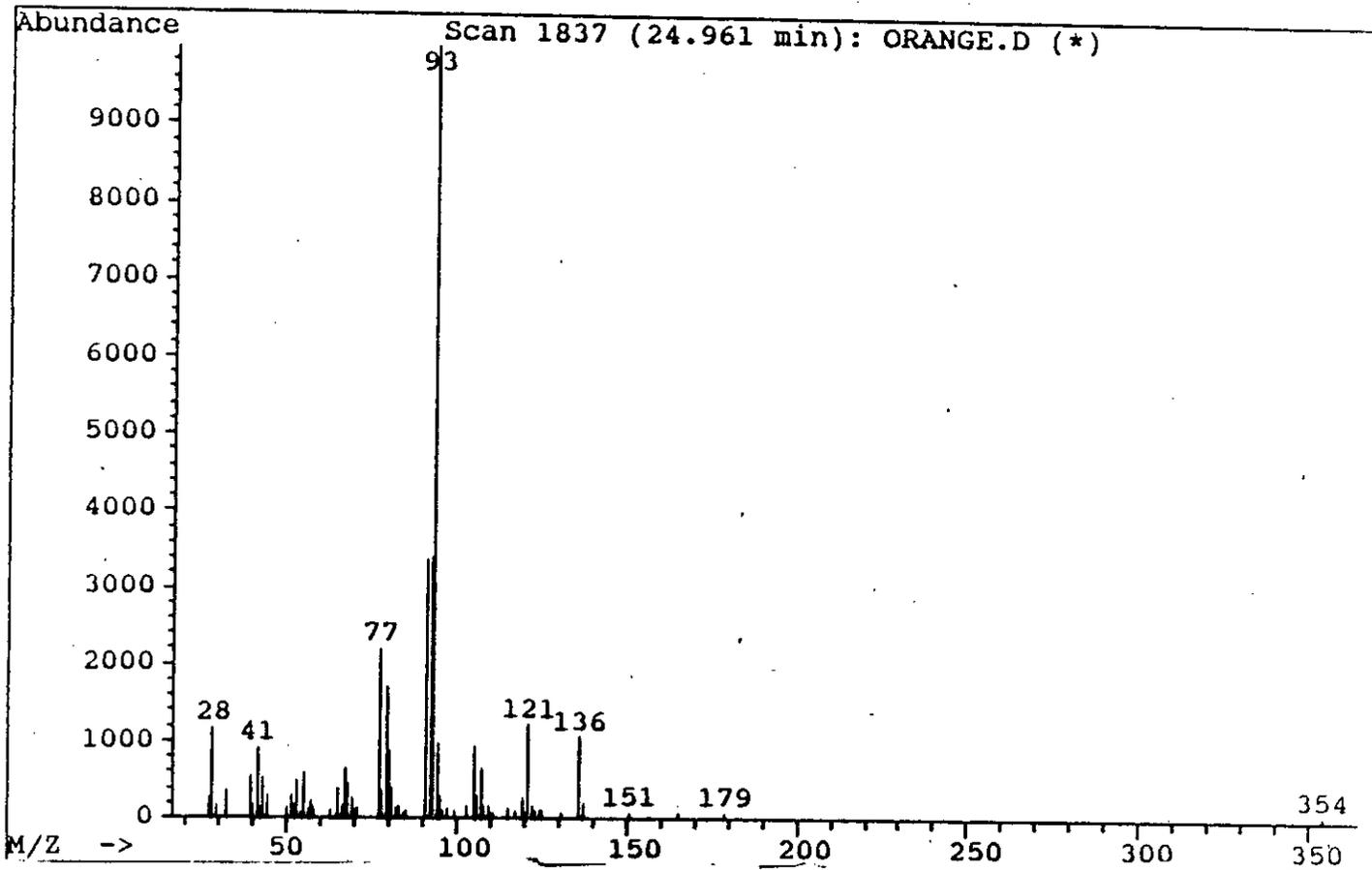


fig 5 spectre de masse de l'alpha
pinene

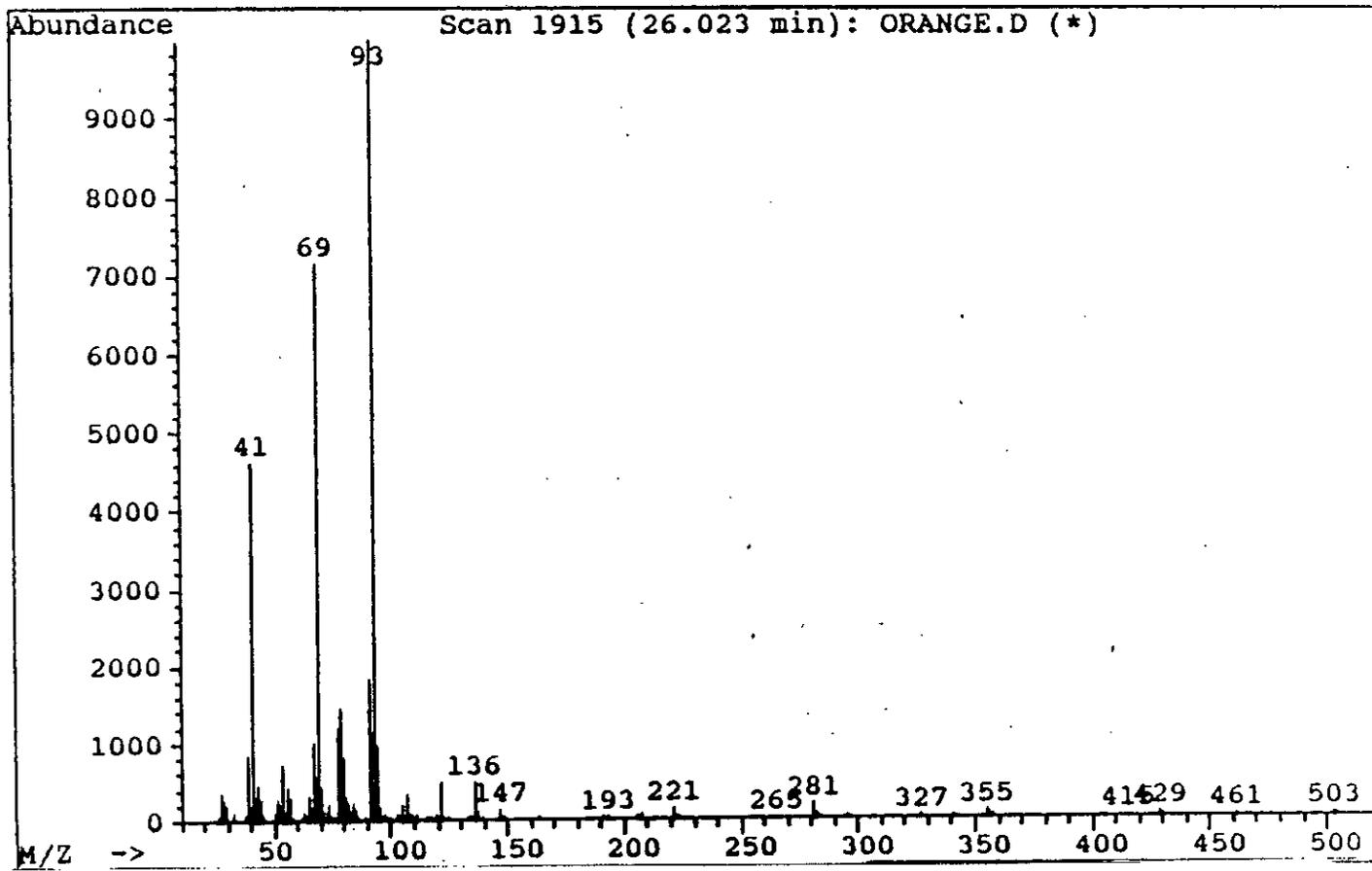


fig 6 spectre de masse du myrcene

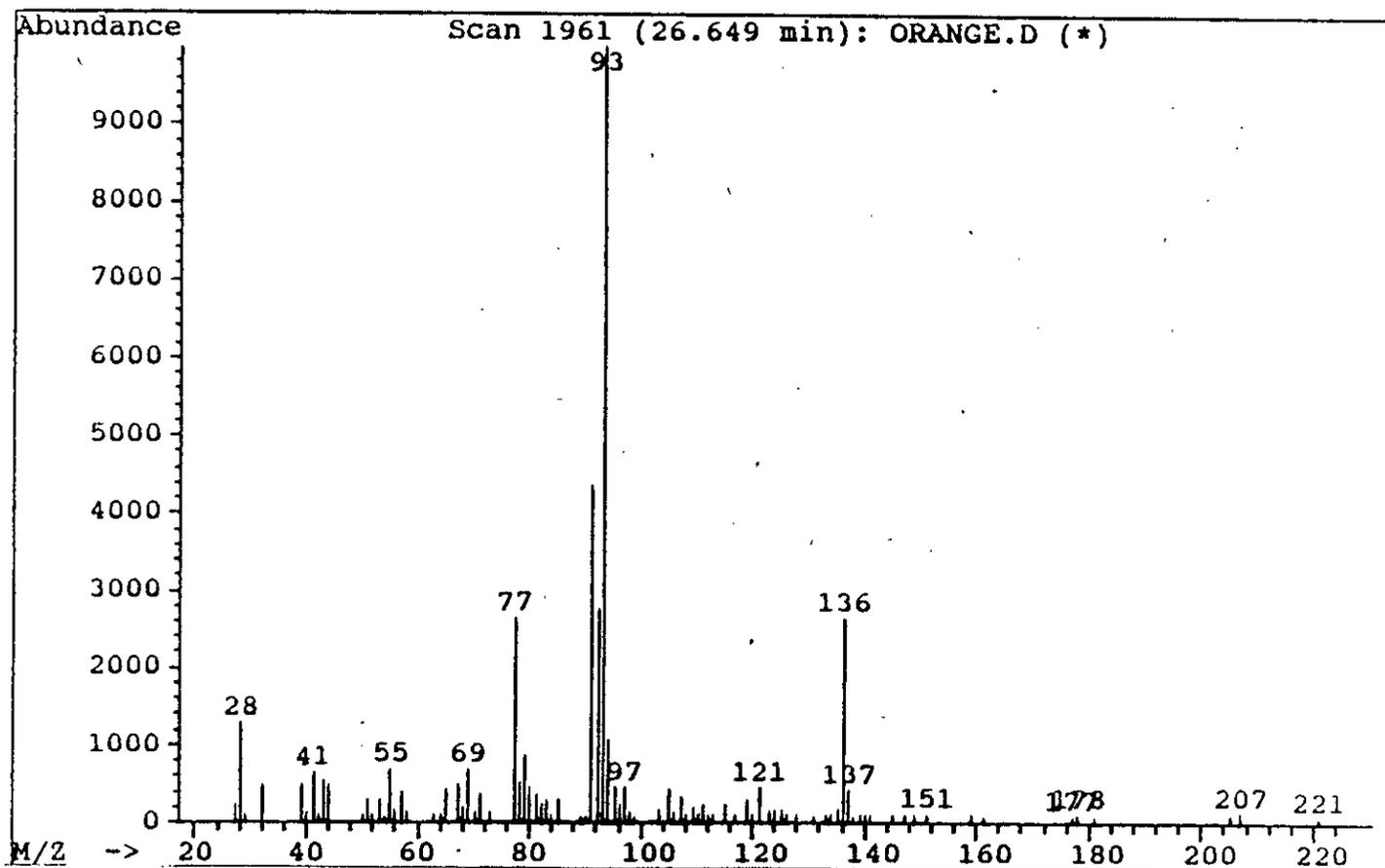


fig 7 spectre de masse de l'alpha
phelandrene

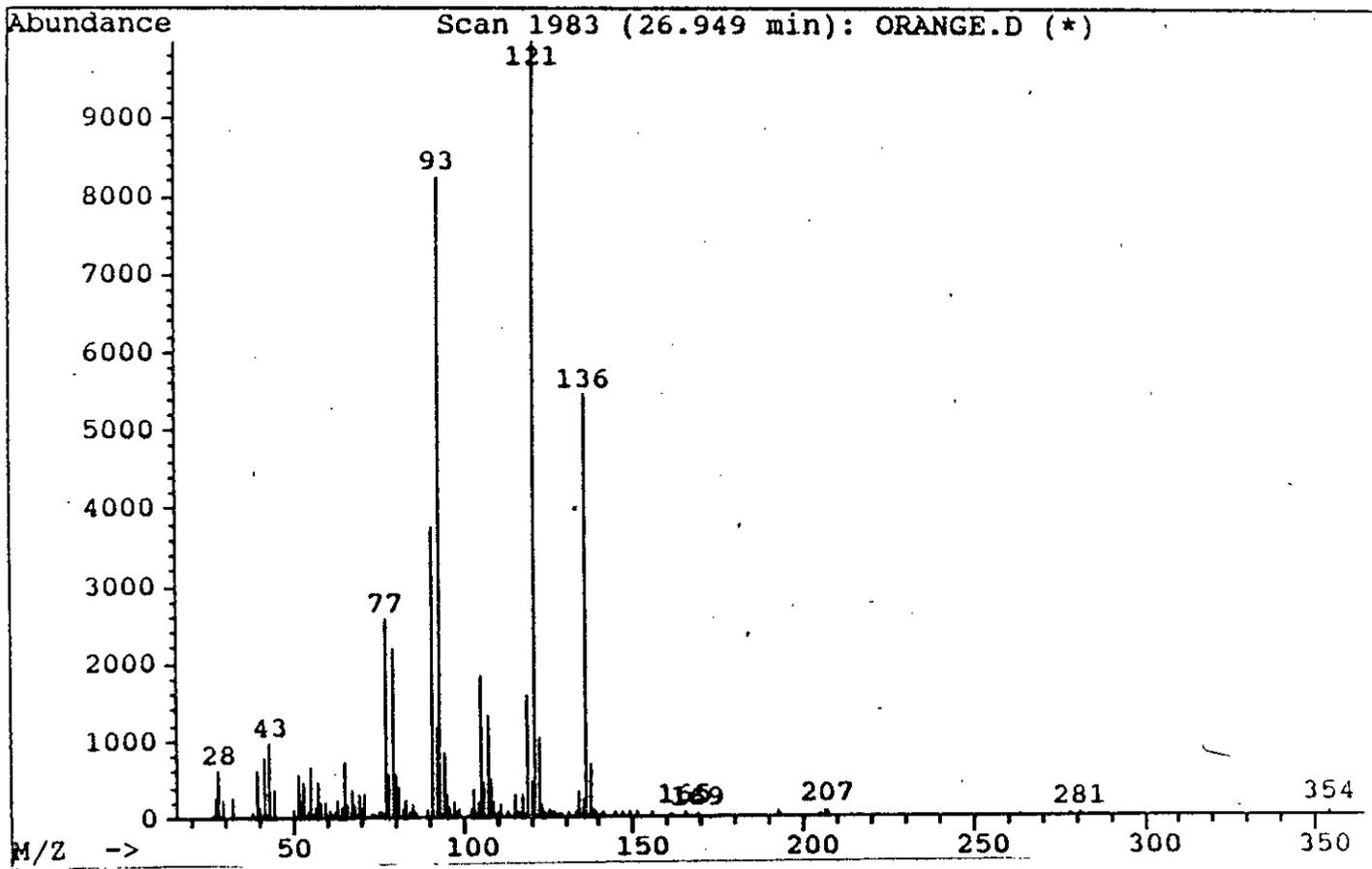


fig 8 spectre de masse de l'alpha

terpinene

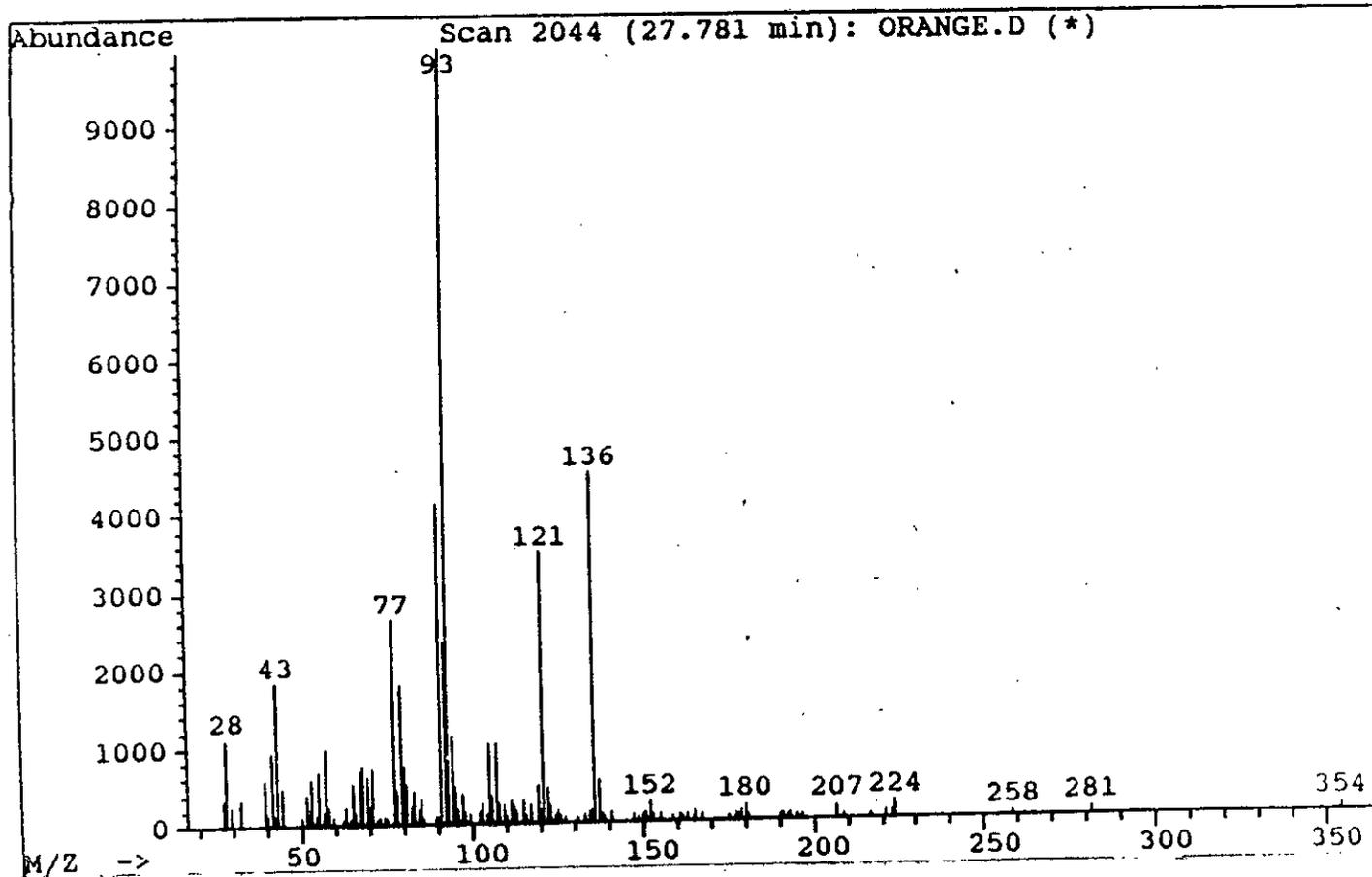


fig 9 spectre de masse du gamma
terpinene

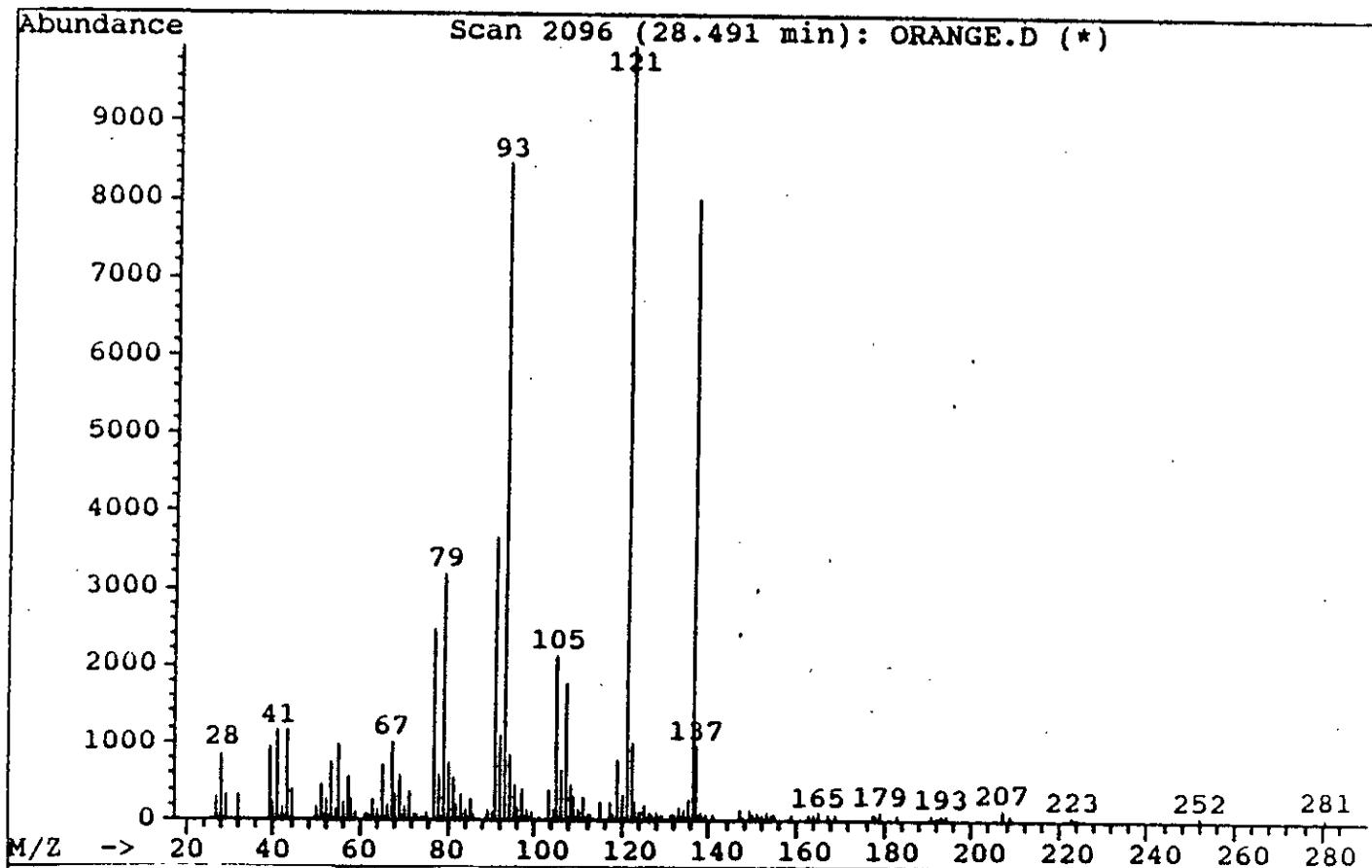


fig 10 spectre de masse du terpinolene

- L'absence de substances étalons nous a empêché de confirmer cette identification. Cependant, les références bibliographiques [4] , indiquent la présence de ces composés.

- Cependant les spectres de masses obtenus indiquent clairement que les masses des sept pics identifiés et qui sont en proportions appréciables sont de 136.

Ce qui correspond à une formule brute de $C_{10}H_{16}$ et donc une structure monoterpénique.

Ainsi dans la suite de notre étude, nous nous intéressons au pourcentage en monoterpènes contenus dans l'huile essentielle ou dans les fractions distillées.

Ce pourcentage sera calculé en additionnant les teneurs relatives des pics sortant jusqu'au terpinolène, c'est à dire au temps de retention $t_R \cong 6$ mn.

Les pics sortant au delà de 6 mn n'ont pu être identifiés mais les spectres de masse correspondant indiquent des masses importantes.

Du point de vue quantitatif, la teneur relative du limonène dans notre huile est de 96,44 % tandis que la teneur relative totale en monoterpènes est de 99,58 %.

B₂ - DETERPENATION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE DOUCE DE

BOUFARIK DANS UN EVAPORATEUR A FILM AGITE

a- DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

- L'appareillage utilisé est un évaporateur à court trajet UIC de type KDL4 comme l'illustre la figure [1] .

Il est composé des éléments suivants:

- (1)- Une colonne en verre qui sert d'évaporateur

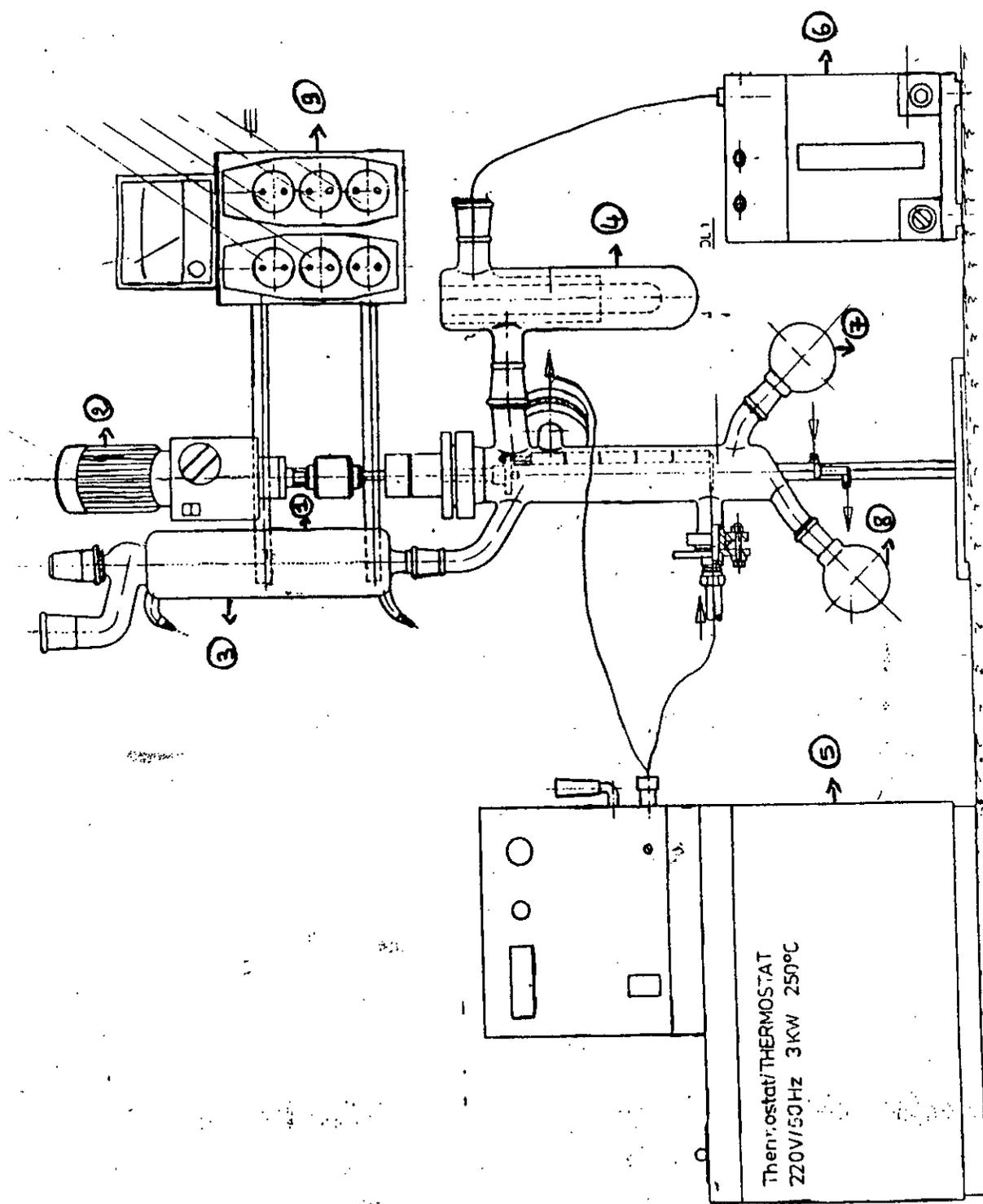


fig 11 schema de l'appareillage

- (2)- Un moteur électrique d'agitation
- (3)- Un récipient de dosage
- (4)- Un piège à froid
- (5)- Un bain thermostaté
- (6)- Une pompe à vide
- (7)- Un ballon de collecte du résidu
- (8)- Un ballon de collecte du distillat

(1)- La colonne cylindrique verticale en verre est chauffée extérieurement par un fluide chauffant circulant dans une enveloppe coaxiale.

A l'intérieur de la colonne, un rotor concentrique sert à répartir le fluide d'alimentation en nappe sur la surface chauffante à l'aide des racleurs qui n'entre pas en contact avec la surface chauffante.

Une autre paroi interne permettant de faire tourner le rotor est fournie par le moteur électrique d'agitation.

(3)- Le récipient de dosage utilisé permet l'alimentation à des débits très faibles en mélange à séparer par le biais d'un petit robinet.

(4)- Le piège à vapeurs est plongé dans un bain de glace et permettra de récupérer les vapeurs qui pourraient passer dans la pompe à vide.

(5)- Le bain thermostaté est chauffé grâce à un ruban chauffant et est muni d'un système de régulation.

Une pompe à eau intégrée permet de faire circuler l'eau de

chauffage.

(6)- La pompe à vide est une pompe primaire.

(7)- Les vapeurs condensées s'écoulent le long de la paroi froide vers le ballon distillat (7) et les composés non condensés s'écoulent le long de la paroi chaude de l'évaporateur vers le ballon de résidu (8).

b- CONDITIONS OPERATOIRES

Le choix des conditions opératoires est tributaire de la nature des composés présents dans l'huile essentielle choisie.

- La nature de l'appareillage induit trois paramètres principaux:
 - + la température de la paroi interne
 - + le débit d'écoulement
 - + la pression à l'intérieur de la colonne

Un aperçu des différentes tensions de vapeurs à différentes températures d'ébullition de certains composés fréquemment rencontrés dans les huiles essentielles d'agrumes sont données dans le tableau [5] .

- La lecture de ce tableau nous permet d'observer que pour des valeurs de pressions proches de la pression atmosphérique, les températures d'ébullition des composés terpéniques et celles des composés oxygénés sont relativement proches.

Une différence déterminante est observée lorsque la pression de vapeur est de quelques mm Hg.

En fait, de par son principe de distillation à court trajet, cette méthode justifie l'utilisation d'une pression de l'ordre de

Tableau 5: Pressions de vapeurs des différents composés des essences d'agrumes en fonction de leur températures d'ébullitions

P mmHg	T Géraniol	T pcymène (°c)	T° myrcène (°c)	T° citral	T° linalool (°c)	T° α -terpinéol (°c)	T° citronellol (°c)	Camphor	P mm Hg	T limonène (°c)
800	231.30	178.85	173.51	-	200.15	219.44	226.4	205.99	5.054	40.4
700	226.00	173.48	168.24	225.10	195.05	214.35	221.2	200.76	10.108	53.8
600	-	-	-	219.10	189.50	-	215.5	-		
500	-	-	-	211.90	182.90	-	208.9	-		
400	-	-	-	203.20	175.00	-	200.9	-	20.216	68.2
300	-	-	-	192.85	165.40	-	191.20	173.00	40.432	81.3
200	-	-	-	178.40	163.10	-	178.85	185.65	85.88	108.3
100	162.70	-	-	158.60	134.00	-	159.30	139.05		
90	159.90	-	-	155.60	131.30	-	156.60	136.10	440.8	151.4
80	156.75	-	-	152.20	128.35	-	153.40	132.90	768.208	175
70	153.40	-	-	148.70	125.00	-	150.15	129.40		
60	149.60	95.80	98.40	144.70	121.40	-	146.50	125.50		
50	145.25	91.40	93.60	134.40	117.20	136.70	142.20	120.85		
40	139.80	85.80	87.60	127.30	111.90	131.50	132.20	115.30		
30	133.00	78.95	79.40	118.40	105.40	124.90	136.80	108.20		
20	124.50	70.30	74.00	112.15	97.20	116.80	130.10	99.50		
15	118.65	64.30	66.60	104.40	91.49	111.10	122.00	93.3		
10	111.20	56.90	62.60	100.10	84.40	104.00	116.16	85.75		
8	107.30	52.80	57.77	94.90	80.55	100.20	108.90	81.60		
6	102.30	47.65	-	91.65	75.80	95.30	104.85	76.40		
5	99.15	44.60	-	87.60	72.80	92.40	100.00	73.20		
4	95.35	40.80	-	-	69.10	-	96.90	69.25		

quelques mm Hg, de par la limite de nos moyens matériels, nous n'avions pas pu mesurer cette pression, nous nous contenterons de donner la spécification de la pompe primaire utilisée.

Et conformément aux valeurs de températures données dans le tableau [5] , nous avons choisi de faire varier la température du fluide chauffant entre 30-60°C.

- Le troisième paramètre est le débit d'écoulement de la charge.

Il déterminera l'épaisseur du film tombant et donc les échanges thermiques et de matière.

Le type d'appareil KDL4 préconise des débits d'écoulement compris entre 0,04 et 1 kg/h.

- Le récipient de dosage ne permet pas de reproduire une même valeur de débit d'alimentation pour les différentes températures choisies.

Cependant, nous avons tenté de faire varier la valeur dans les limites imposées par les dimensions de l'appareil.

c- MODE OPERATOIRE

- Les trois paramètres principaux ont été fixés dans les limites du matériel disponible.

- La pression de travail sera maintenue constante pour toutes les manipulations.

Les débits utilisés sont les plus faibles qu'on puisse obtenir en maniant le robinet du récipient doseur.

- La température du bain sera fixée entre 30 et 58°C pour les différentes expériences.

Une fois que la température choisie est atteinte pour l'eau, du

bain thermostaté, le produit à séparer est introduit dans le récipient de dosage et la pompe à vide est mise en route ainsi que l'eau de refroidissement dans le condenseur interne et l'eau de chauffage dans la paroi coaxiale.

On commence alors à laisser s'écouler le produit selon un débit constant sur la paroi chauffée de la colonne.

- Les fractions condensées (distillats) et les fractions lourdes (résidu) seront pesées à la fin de la distillation puis analysées par chromatographie en phase gazeuse.

d- RESULTATS EXPERIMENTAUX

- Les résultats obtenus par la distillation sont donnés sur le tableau [6] . A débits élevés les distillats sont légèrement colorés alors qu'à débits faibles, ils sont incolores.

Sachant que les composés terpéniques sont incolores, nous pouvons prévoir qu'à débits élevés les produits les plus lourds (oxygénés et les sesquiterpènes) qui eux sont colorés sont entraînés dans le ballon de distillat, par ailleurs, les masses de distillat augmentent pour les débits faibles tandis que les masses des résidus diminuent.

Ceci est observé clairement pour les températures 50 et 58°C, les pertes constatées sont alors limitées.

- Les différentes fractions obtenues par distillation, distillats (D.) et résidus (R.) sont analysées par chromatographie en phase gazeuse.

Les chromatogrammes ainsi que les tableaux d'intégration correspondants sont donnés en annexe.

Les pourcentages en terpènes sont calculés en additionnant les teneurs relatives des principaux monoterpènes obtenus.

Le taux de déterpénation sera calculé par:

$$T \% = \frac{\% \text{ en terpènes (m D. + m R.)} - \% \text{ en terpènes (m R.)}}{\% \text{ en terpènes (m D. + m R.)}}$$

Nous avons rassemblé les résultats de l'analyse chromatographique en taux de déterpénation dans les différents distillats et résidu ainsi que le pourcentage du limonène et de terpènes dans le tableau n°7. Nous avons représenté ce taux de déterpénation dans le graphe de la figure n°12 en fonction des différents débits et températures

Tableau N°6: Résultats expérimentaux

Numéro de l'expérience	V (ml)	Débit (ml/s)	Débit (kg/h)	m (gr)		(m + m) gr		Pourcentage de la perte	T° (c)
				T	D	D	R		
1	10	$1,39 \cdot 10^{-2}$	$4,25 \cdot 10^{-2}$	8,4625	1,0101	6,7027	7,7128	8,86	30
2	12	$6,41 \cdot 10^{-3}$	$1,96 \cdot 10^{-2}$	10,155	3,2268	6,5508	9,7776	3,72	30
3	10	$6,21 \cdot 10^{-3}$	$1,89 \cdot 10^{-2}$	8,4625	3,2613	4,3526	7,6139	10,03	40
4	10	$3 \cdot 10^{-3}$	$9,16 \cdot 10^{-3}$	8,4265	5,2463	2,1536	7,3999	12,55	40
5	10	$1,7 \cdot 10^{-3}$	$5,19 \cdot 10^{-2}$	8,4265	5,5733	1,1943	6,7676	20,03	40
6	10	$3,66 \cdot 10^{-3}$	$1,12 \cdot 10^{-2}$	8,4265	5,5304	2,0843	7,6147	10,02	43
7	12	$2,82 \cdot 10^{-4}$	$8,61 \cdot 10^{-3}$	10,155	0,5834	8,0609	8,6443	14,87	50
8	13	$8,31 \cdot 10^{-3}$	$2,53 \cdot 10^{-2}$	11,15	5,6118	4,8272	10,439	6,37	50
9	10	$6,4 \cdot 10^{-3}$	$1,95 \cdot 10^{-2}$	8,4625	6,3005	1,8914	8,1919	2,44	50
10	10	$1,58 \cdot 10^{-3}$	$7,82 \cdot 10^{-3}$	8,4625	6,6764	0,9497	7,6261	9,88	50
11	10	$2,38 \cdot 10^{-4}$	$7,27 \cdot 10^{-4}$	8,4625	0,6456	6,7476	7,3932	12,63	52
12	6,2	$1,22 \cdot 10^{-2}$	$3,73 \cdot 10^{-2}$	5,2467	1,9023	2,1788	4,0811	22,21	58
13	10	$1,02 \cdot 10^{-2}$	$3,12 \cdot 10^{-2}$	8,4625	5,2945	1,5676	6,8624	18,91	58
14	10	$4,45 \cdot 10^{-3}$	$1,36 \cdot 10^{-2}$	8,4625	6,3602	1,21	7,5702	10,54	58
15	10	$4,1153 \cdot 10^{-3}$	$1,25 \cdot 10^{-2}$	8,4625	6,5731	1,0828	7,6559	9,53	58

Tableau 7: Résultats de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse

Numéro de l'expérience	1	2	3	4	5	6
T (°c)	30	30	40	40	40	43
Débit (ml/s)	$1,39 \cdot 10^{-2}$	$6,41 \cdot 10^{-3}$	$6,21 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-3}$	$3,66 \cdot 10^{-3}$
Rendement % (m_R/m_T)	79,20	64,51	51,43	25,45	14,11	24,6
% en limonène dans le distillat	96,214	96,516	96,146	96,414	96,843	96,547
% en limonène dans le résidu	90,656	95,75	96,35	96,191	80,607	84,45
% en terpènes dans le distillat	99,8807	99,881	99,707	99,736	99,809	99,977
% en terpènes dans le résidu	99,5985	99,51	99,272	98,836	99,526	98,963
Taux de déterpénation T (%)	13	33	43	71,1	82,39	72,79

Numéro de l'expérience	7	8	9	10	11	12
T (°c)	50	50	50	50	52	58
Débit (ml/s)	$2,82 \cdot 10^{-1}$	$8,3 \cdot 10^{-3}$	$6,4 \cdot 10^{-3}$	$1,5810^{-3}$	$2,3810^{-1}$	$1,23 \cdot 10^{-2}$
Rendement % (m_R/m_T)	79,37	43,29	22,35	11,22	79,73	41,53
% en limonène dans le distillat	87,483	96,318	93,729	92,887	96,847	87,381
% en limonène dans le résidu	96,358	96,304	96,96	91,007	91,309	89,185
% en terpènes dans le distillat	99,52	99,795	99,727	100	99,847	99,76
% en terpènes dans le résidu	99,5167	99,654	99,605	93,196	99,7208	94,476
Taux de déterpénation T (%)	6,8	53,72	76,90	88,34	8,6	49,35

Suite Tableau 7

Numéro de l'expérience	13	14	15
T (°c)	58	58	58
Débit (ml/s)	$1,02 \cdot 10^{-2}$	$4,45 \cdot 10^{-3}$	$4,1153 \cdot 10^{-3}$
Rendement % (m_R / m_T)	18,53	14,29	12,79
% en limonène dans le distillat	96,203	96,363	96,478
% en limonène dans le résidu	76,46	94,745	76,826
% en terpènes dans le distillat	99,615	99,586	99,77
% en terpènes dans le résidu	94,022	97,154	98,988
Taux de déterpénation T (%)	77,28	84,4	85,94

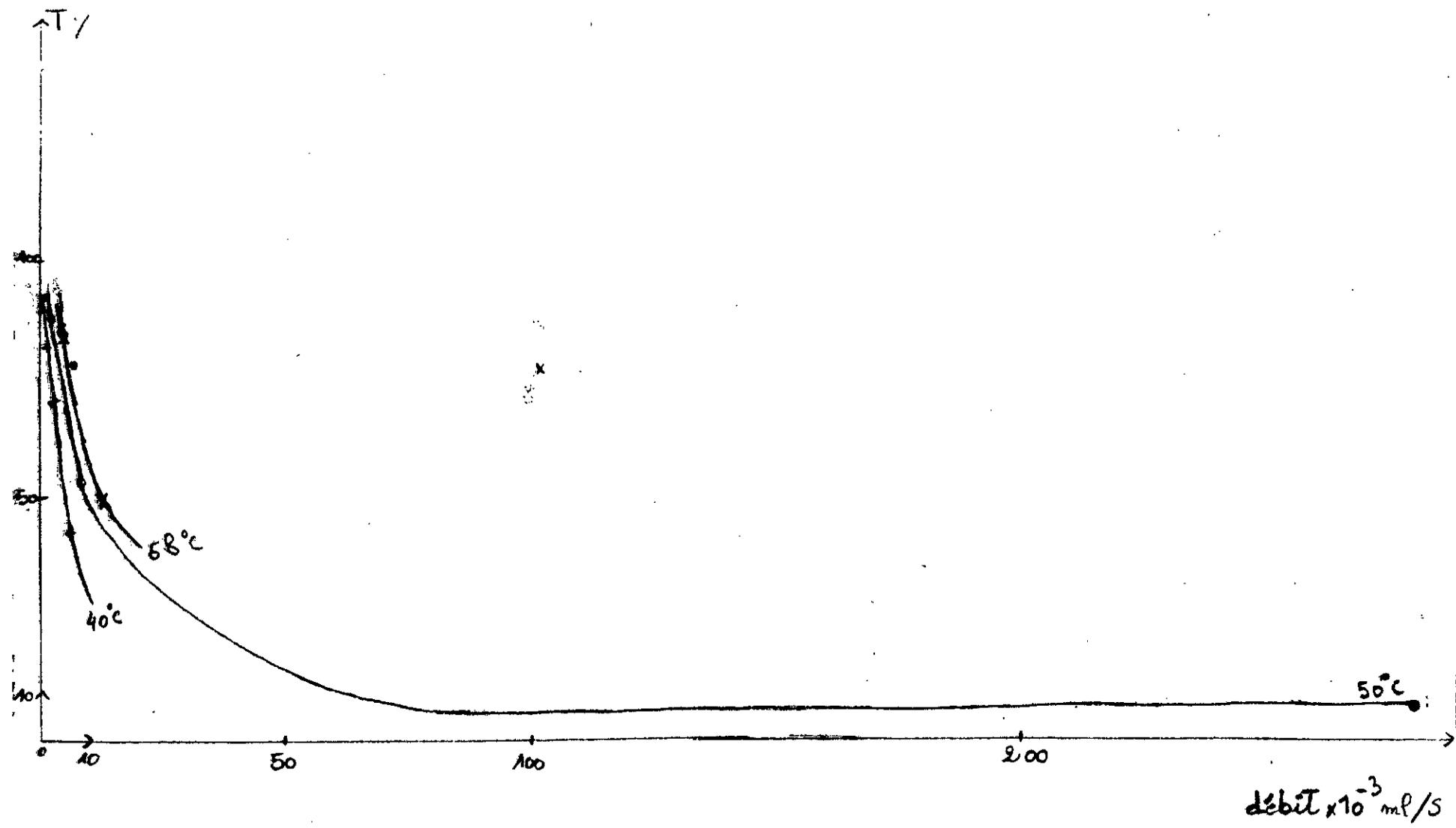


fig12 taux de deterpenation en fonction du debit

e- INTERPRETATION DES RESULTATS DONNES PAR LA CHROMATOGRAPHIE

EN PHASE GAZEUSE

On remarque que le taux de déterpénation augmente quand le débit diminue pour chaque température car lorsque le débit diminue on a une faible épaisseur du film, donc un meilleur transfert de chaleur et de matière.

D'autre part, le taux de déterpénation augmente quand la température augmente pour chaque débit quoiqu'aux faibles débits, l'influence de la température est très faible car les courbes convergent.

Donc cette distillation est meilleure pour un débit faible et une température élevée. Dans notre cas, le débit minimal obtenu est de $1,58 \cdot 10^{-2}$ (ml/s) et la température maximale choisie est de 58°C car au delà de cette température, les composés risquent de se dégrader. Selon des analyses antérieures [19] faites sur des échantillons d'orange douce déterpénées commercialisées et utilisées par DIPROCHIM, ainsi que l'huile essentielle brute, les teneurs relatives en terpènes sont de:

l'huile essentielle brute: 98,703 % en terpènes et en limonène 97,370 %.

Pour l'huile déterpénée: 96,75 % en terpènes et 94,610 % de limonène.

En comparant ces résultats à notre meilleur essai n°10 dont le taux de déterpénation est de 88,34 % le pourcentage en limonène dans l'huile déterpénée est passé de 96 % à 91 %.

Donc, nous pouvons dire que l'association des faibles pressions et

températures à cet évaporateur à court trajet dont la distance est plus faible que le libre parcours moyen des molécules a donné de meilleurs résultats que l'huile déterpénée commercialisé.

CONCLUSION GENERALE

Dans cet étude, nous avons d'abord entamé l'analyse de l'huile essentielle brute par chromatographie en phase gazeuse; le chromatographe a été couplé à un spectromètre de masse, ce qui nous a permis d'identifier les composés et associer cette identification à l'analyse quantitative, nous donnant ainsi une information sur la quantité de terpènes majoritaires contenus dans l'huile essentielle brute ainsi que dans les échantillons après distillation.

Les résultats expérimentaux ont été limités par les contraintes rencontrées avec l'appareillage qui devait fournir un récipient de dosage plus performant qui permettra de donner des débits plus faibles que celui que nous avons atteint.

Nous avons réalisé une installation de distillation à l'aide d'un évaporateur à film agité, la pompe à vide utilisée donne un vide primaire alors que la méthode nécessite un vide poussé afin d'augmenter la vitesse d'évaporation et améliorer ainsi le rendement de la distillation.

Nous avons utilisé cet appareil dans le but de déterpéner l'huile essentielle d'orange douce de l'ENAJUC de Boufarik. Les résultats obtenus sont satisfaisants car le taux de déterpénation est de 88,34 %

Enfin, il est souhaitable dans un travail ultérieur de modifier les conditions opératoires à savoir la pression et le débit.

Il est aussi important de faire une étude hydrodynamique afin de pouvoir extrapoler les résultats à l'échelle pilote et industrielle.

ANNEXE

L'huile essentielle d'orange douce

	%	R T
1	0,043	1,52
2	0,430	2,76
3	0,222	3,28
4	0,068	3,36
5	1,853	3,50
6	0,312	3,86
7	73,131	4,75
8	23,306	4,85
9	0,014	5,71
10	0,197	5,95
11	0,027	6,92
12	0,041	7,24
13	0,027	8,43
14	0,147	8,73
15	0,011	9,97
16	0,019	10,99
17	0,047	16,04
18	0,183	19,35

Débit = 1,39.10⁻² (ml/s)

T°=30°C

	D1		R1	
	%	R T	%	RT
1	0,152	0,91	0,012	1,02
2	0,593	2,81	6,023	1,1
3	0,24	3,37	0,003	1,5
4	0,108	3,42	0,436	2,61
5	2,409	3,55	0,333	3,11
6	48,2	4,79	1,853	3,28
7	48,014	5,01	0,082	3,65
8	0,005	5,17	90,656	4,45
9	0,007	5,33	0,012	5,23
10	0,0017	5,71	0,189	5,47
11	0,151	5,94	0,035	6,8
12	0,022	6,88	0,026	8,06
13	0,019	7,17	0,155	8,34
14	0,011	8,33	0,087	11,03
15	0,053	8,64	0,097	18,91

Débit = $6,41 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 30°c

	D2		R2	
	%	R T	%	RT
1	0,095	0,9	0,016	1,58
2	0,534	2,84	0,454	2,82
3	0,362	3,39	0,11	3,37
4	2,313	3,59	0,1	3,44
5	72,245	4,86	1,492	3,61
6	24,169	4,97	0,366	3,8
7	0,008	5,31	0,316	3,95
8	0,017	5,7	53,07	4,81
9	0,138	5,395	16,526	4,91
10	0,022	6,9	26,595	5,04
11	0,027	7,21	0,207	5,22
12	0,011	8,37	0,007	5,35
13	0,06	8,69	0,019	5,73
14			0,232	5,99
15			0,025	6,93
16			0,039	7,22
17			0,015	7,54
18			0,009	8,25
19			0,028	8,4
20			0,165	8,71
21			0,009	9,91
22			0,017	10,89
23			0,006	15,8
24			0,008	16,23
25			0,073	19,87

Débit = $6,205 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 40°C

	D3		R3	
	%	R T	%	RT
1	0,256	0,9	0,028	1,67
2	0,544	3,13	0,424	3,07
3	0,005	3,51	0,369	3,71
4	0,394	3,77	2,08	3,94
5	2,356	4,85	68,45	5,28
6	96,146	5,91	27,9	5,41
7	0,006	6,13	0,01	5,63
8	0,009	6,57	0,011	5,86
9	0,017	6,89	0,18	6,29
10	0,147	7,96	0,232	6,59
11	0,023	8,36	0,037	7,64
12	0,024	6,69	0,047	8,82
13	0,012	18,81	0,032	9,34
14	0,063		0,17	9,69
15			0,027	12,87
16			0,055	17,43
17			0,1	20,63

CHANNEL 2

INJECT

01:10:00

D.3

0.0

1.00

3.43
3.77
1.00

3.43
3.00
3.00

3.00 7.00

10.00 0.00

01:10:00

01 "0" 00

1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	4.	TUBES	4.
00000		CROWN	07	0000	00		
00001		00000000	00000000	0000	00		
00002		00000000	00000000	0000	00		
00003		00000000	00000000	0000	00		
00004		00000000	00000000	0000	00		
00005		00000000	00000000	0000	00		
00006		00000000	00000000	0000	00		
00007		00000000	00000000	0000	00		
00008		00000000	00000000	0000	00		
00009		00000000	00000000	0000	00		
00010		00000000	00000000	0000	00		
00011		00000000	00000000	0000	00		
00012		00000000	00000000	0000	00		
00013		00000000	00000000	0000	00		
00014		00000000	00000000	0000	00		
00015		00000000	00000000	0000	00		
00016		00000000	00000000	0000	00		
00017		00000000	00000000	0000	00		
00018		00000000	00000000	0000	00		
00019		00000000	00000000	0000	00		
00020		00000000	00000000	0000	00		
00021		00000000	00000000	0000	00		
00022		00000000	00000000	0000	00		
00023		00000000	00000000	0000	00		
00024		00000000	00000000	0000	00		
00025		00000000	00000000	0000	00		
00026		00000000	00000000	0000	00		
00027		00000000	00000000	0000	00		
00028		00000000	00000000	0000	00		
00029		00000000	00000000	0000	00		
00030		00000000	00000000	0000	00		
00031		00000000	00000000	0000	00		
00032		00000000	00000000	0000	00		
00033		00000000	00000000	0000	00		
00034		00000000	00000000	0000	00		
00035		00000000	00000000	0000	00		
00036		00000000	00000000	0000	00		
00037		00000000	00000000	0000	00		
00038		00000000	00000000	0000	00		
00039		00000000	00000000	0000	00		
00040		00000000	00000000	0000	00		
00041		00000000	00000000	0000	00		
00042		00000000	00000000	0000	00		
00043		00000000	00000000	0000	00		
00044		00000000	00000000	0000	00		
00045		00000000	00000000	0000	00		
00046		00000000	00000000	0000	00		
00047		00000000	00000000	0000	00		
00048		00000000	00000000	0000	00		
00049		00000000	00000000	0000	00		
00050		00000000	00000000	0000	00		
TOTAL		100.		070			

Débit = $3 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 40°C

	D4		R4	
	%	R T	%	RT
1	0,091	0,91	0,040	1,59
2	0,500	2,89	0,390	2,85
3	0,185	3,45	0,318	3,41
4	0,141	3,49	1,980	3,63
5	2,270	3,68	95,750	4,88
6	30,951	4,77	0,012	5,26
7	65,565	5,13	0,022	5,66
8	0,006	5,29	0,324	5,93
9	0,010	5,46	0,010	6,49
10	0,017	5,83	0,056	6,89
11	0,148	6,87	0,067	7,21
12	0,021	7,04	0,047	8,42
13	0,024	7,33	0,340	8,73
14	0,009	8,50	0,022	9,94
15	0,063	8,82	0,039	10,96
16			0,057	13,77
17			0,034	14,66
18			0,074	15,21
19			0,120	15,88
20			0,027	16,68
21			0,020	17,70
22			0,240	19,14

CHANNEL A

INJECT

01:00:14

D-4

.01

0.00
0.00 1.15.00

0.00
0.00
0.00
0.00

0.77

01:00:14

01

00

00

1

TIME	A.	METHOD	B.	RUN	C.	TUBES	D.
00:00		0000	00	0000	00		
00:01		0000	00	0000	00		
00:02		0000	00	0000	00		
00:03		0000	00	0000	00		
00:04		0000	00	0000	00		
00:05		0000	00	0000	00		
00:06		0000	00	0000	00		
00:07		0000	00	0000	00		
00:08		0000	00	0000	00		
00:09		0000	00	0000	00		
00:10		0000	00	0000	00		
00:11		0000	00	0000	00		
00:12		0000	00	0000	00		
00:13		0000	00	0000	00		
00:14		0000	00	0000	00		
00:15		0000	00	0000	00		
00:16		0000	00	0000	00		
00:17		0000	00	0000	00		
00:18		0000	00	0000	00		
00:19		0000	00	0000	00		
00:20		0000	00	0000	00		
00:21		0000	00	0000	00		
00:22		0000	00	0000	00		
00:23		0000	00	0000	00		
00:24		0000	00	0000	00		
00:25		0000	00	0000	00		
00:26		0000	00	0000	00		
00:27		0000	00	0000	00		
00:28		0000	00	0000	00		
00:29		0000	00	0000	00		
00:30		0000	00	0000	00		
00:31		0000	00	0000	00		
00:32		0000	00	0000	00		
00:33		0000	00	0000	00		
00:34		0000	00	0000	00		
00:35		0000	00	0000	00		
00:36		0000	00	0000	00		
00:37		0000	00	0000	00		
00:38		0000	00	0000	00		
00:39		0000	00	0000	00		
00:40		0000	00	0000	00		
00:41		0000	00	0000	00		
00:42		0000	00	0000	00		
00:43		0000	00	0000	00		
00:44		0000	00	0000	00		
00:45		0000	00	0000	00		
00:46		0000	00	0000	00		
00:47		0000	00	0000	00		
00:48		0000	00	0000	00		
00:49		0000	00	0000	00		
00:50		0000	00	0000	00		
00:51		0000	00	0000	00		
00:52		0000	00	0000	00		
00:53		0000	00	0000	00		
00:54		0000	00	0000	00		
00:55		0000	00	0000	00		
00:56		0000	00	0000	00		
00:57		0000	00	0000	00		
00:58		0000	00	0000	00		
00:59		0000	00	0000	00		
01:00		0000	00	0000	00		
TOTAL	100.			000000			

D 1 1

Débit = $1,68 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 40°C

	D5		R5	
	%	R T	%	RT
1	0,023	1,13	0,026	1,05
2	0,478	2,81	12,52	1,12
3	0,002	3,19	0,324	2,80
4	0,309	3,37	0,281	3,35
5	1,106	3,57	1,696	3,55
6	0,065	3,66	84,45	4,71
7	1,050	3,67	0,013	5,54
8	53,917	4,75	0,216	5,79
9	42,630	4,97	0,012	6,36
10	0,009	5,29	0,050	6,75
11	0,019	5,65	0,037	7,87
12	0,178	5,91	0,027	8,25
13	0,022	6,85	0,176	8,57
14	0,031	7,14	0,019	10,81
15	0,018	8,31	0,013	15,71
16	0,105	8,62	0,143	18,97
17	0,011	18,81		
18	0,027	18,91		

R. 5

R. 5

CHANNEL R

INTEST

01:10:10

R.5

1.0000

1.12

2.00 2.00

3.00

4.71

5.00 5.00

6.00 6.00

8.0000

10.01

10.71

10.07

01:10:10

CH

NO

DO

1.

FILE	1.	METHOD	3.	RUN	5	NUMBER	3
00000		00000	00	00000	00		
00001		00000	00	00000	00		
00002		00000	00	00000	00		
00003		00000	00	00000	00		
00004		00000	00	00000	00		
00005		00000	00	00000	00		
00006		00000	00	00000	00		
00007		00000	00	00000	00		
00008		00000	00	00000	00		
00009		00000	00	00000	00		
00010		00000	00	00000	00		
00011		00000	00	00000	00		
00012		00000	00	00000	00		
00013		00000	00	00000	00		
00014		00000	00	00000	00		
00015		00000	00	00000	00		
00016		00000	00	00000	00		
00017		00000	00	00000	00		
00018		00000	00	00000	00		
00019		00000	00	00000	00		
00020		00000	00	00000	00		
00021		00000	00	00000	00		
00022		00000	00	00000	00		
00023		00000	00	00000	00		
00024		00000	00	00000	00		
00025		00000	00	00000	00		
00026		00000	00	00000	00		
00027		00000	00	00000	00		
00028		00000	00	00000	00		
00029		00000	00	00000	00		
00030		00000	00	00000	00		
00031		00000	00	00000	00		
00032		00000	00	00000	00		
00033		00000	00	00000	00		
00034		00000	00	00000	00		
00035		00000	00	00000	00		
00036		00000	00	00000	00		
00037		00000	00	00000	00		
00038		00000	00	00000	00		
00039		00000	00	00000	00		
00040		00000	00	00000	00		
00041		00000	00	00000	00		
00042		00000	00	00000	00		
00043		00000	00	00000	00		
00044		00000	00	00000	00		
00045		00000	00	00000	00		
00046		00000	00	00000	00		
00047		00000	00	00000	00		
00048		00000	00	00000	00		
00049		00000	00	00000	00		
00050		00000	00	00000	00		
00051		00000	00	00000	00		
00052		00000	00	00000	00		
00053		00000	00	00000	00		
00054		00000	00	00000	00		
00055		00000	00	00000	00		
00056		00000	00	00000	00		
00057		00000	00	00000	00		
00058		00000	00	00000	00		
00059		00000	00	00000	00		
00060		00000	00	00000	00		
00061		00000	00	00000	00		
00062		00000	00	00000	00		
00063		00000	00	00000	00		
00064		00000	00	00000	00		
00065		00000	00	00000	00		
00066		00000	00	00000	00		
00067		00000	00	00000	00		
00068		00000	00	00000	00		
00069		00000	00	00000	00		
00070		00000	00	00000	00		
00071		00000	00	00000	00		
00072		00000	00	00000	00		
00073		00000	00	00000	00		
00074		00000	00	00000	00		
00075		00000	00	00000	00		
00076		00000	00	00000	00		
00077		00000	00	00000	00		
00078		00000	00	00000	00		
00079		00000	00	00000	00		
00080		00000	00	00000	00		
00081		00000	00	00000	00		
00082		00000	00	00000	00		
00083		00000	00	00000	00		
00084		00000	00	00000	00		
00085		00000	00	00000	00		
00086		00000	00	00000	00		
00087		00000	00	00000	00		
00088		00000	00	00000	00		
00089		00000	00	00000	00		
00090		00000	00	00000	00		
00091		00000	00	00000	00		
00092		00000	00	00000	00		
00093		00000	00	00000	00		
00094		00000	00	00000	00		
00095		00000	00	00000	00		
00096		00000	00	00000	00		
00097		00000	00	00000	00		
00098		00000	00	00000	00		
00099		00000	00	00000	00		
TOTAL		00000	00	00000	00		

1. 4

Débit = $3,664 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 43°C

	D6		R6	
	%	RT	%	RT
1	0,003	0,89	0,042	1,05
2	0,038	1,12	15,98	1,12
3	0,437	2,77	0,27	2,79
4	0,274	3,3	0,255	3,33
5	1,934	3,52	1,445	3,53
6	0,147	3,94	80,607	4,63
7	37,757	4,63	0,032	4,69
8	61,086	4,96	0,024	5,49
9	0,00038	5,23	0,308	5,73
10	0,001	5,37	0,039	6,66
11	0,001	5,45	0,057	7,85
12	0,16	5,82	0,054	8,24
13	0,139	5,87	0,314	8,55
14	0,009	6,8	0,018	9,81
15	0,021	7,89	0,037	11,77
16	0,013	8,25	0,308	13,36
17	0,006	8,55	0,011	15,7
18	0,036	18,9	0,111	18,97
19			0,01	19

Débit = $2,82 \cdot 10^{-4}$ (ml/s)

T° = 50°C

	D7		R7	
	%	R T	%	RT
1	0,346	0,92	0,034	1,6
2	0,588	2,93	0,495	2,87
3	0,332	3,49	0,0032	3,19
4	1,212	3,72	0,387	3,45
5	0,041	3,83	1,93	3,65
6	0,543	3,84	0,308	3,93
7	0,594	3,98	96,358	4,95
8	24,705	4,81	0,0017	5,74
9	43,886	5,13	0,019	6,81
10	18,892	5,23	0,027	6,97
11	8,348	5,27	0,036	7,29
12	0,006	5,42	0,022	8,49
13	0,01	5,57	0,132	8,81
14	0,017	5,96	0,012	11,88
15	0,15	6,22	0,049	19,24
16	0,025	7,19		
17	0,026	7,5		
18	0,016	8,73		
19	0,089	9,83		
20	0,009	11,25		
21	0,039	17,86		
22	0,054	19,49		
23	0,072	21,33		

CHANNEL 8

INJECT

04:02:54

R. 7

1.00 1.00
 2.10 2.10
 1.00 1.00
 0.01 0.01
 7.00 7.00
 0.01 0.01

 11.00

10.01

04:02:54

CH "0" 00

1

FILE	1	METHOD	0	SUM	0	INJECT	0
RECV#		CREAT	PT	0000	00		
1	1	1	1	1001	00		01
2	1	1	1	0000	00		01
3	1	1	1	0000	00		01
4	1	1	1	0000	00		01
5	1	1	1	0000	00		01
6	1	1	1	0000	00		01
7	1	1	1	0000	00		01
8	1	1	1	0000	00		01
9	1	1	1	0000	00		01
10	1	1	1	0000	00		01
11	1	1	1	0000	00		01
12	1	1	1	0000	00		01
13	1	1	1	0000	00		01
14	1	1	1	0000	00		01
15	1	1	1	0000	00		01
16	1	1	1	0000	00		01
17	1	1	1	0000	00		01
18	1	1	1	0000	00		01
19	1	1	1	0000	00		01
20	1	1	1	0000	00		01
TOTAL		100		001000			

RECV#

7

Débit = $8,3 \cdot 10^3$ (ml/s)

T° = 50°C

	D8		R8	
	%	R T	%	RT
1	0,118	0,91	0,051	1,58
2	0,509	2,82	0,469	2,81
3	0,008	3,18	0,374	3,36
4	0,335	3,36	1,871	3,59
5	2,293	3,57	0,323	3,83
6	96,318	4,99	52,754	4,66
7	0,007	5,15	32,471	4,77
8	0,01	5,29	11,079	4,82
9	0,021	5,69	0,022	5,59
10	0,170	5,93	0,240	5,84
11	0,025	6,87	0,031	6,79
12	0,032	7,17	0,040	7,11
13	0,017	8,35	0,025	8,30
14	0,096	8,66	0,146	8,60
15	0,009	10,83	0,018	10,82
16	0,024	18,83	0,081	19,00

Débit = $6,4 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 50°C

	D9		R9	
	%	R T	%	RT
1	2,853	0,89	0,193	1,66
2	0,005	1,69	0,343	3,13
3	0,524	3,2	0,374	3,76
4	0,394	3,91	1,68	4,83
5	2,225	4,17	96,96	5,29
6	32,605	5,53	0,055	5,4
7	61,121	5,96	0,24	6,78
8	0,007	6,41	0,039	8,39
9	0,016	6,86	0,1	10,18
10	0,134	7,21		
11	0,025	8,36		
12	0,023	8,77		
13	0,009	18,14		
14	0,058	18,52		

Débit = $1,5825 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 50°C

	D10		R10	
	%	R T	%	RT
1	3,429	0,88	0,339	1,64
2	0,7	2,81	0,21	3,07
3	0,535	3,36	0,25	3,72
4	2,28	3,57	1,31	3,99
5	92,887	4,59	0,027	4,25
6	0,122	5,88	91,007	5,21
7	0,047	5,85	0,053	5,33
8			0,427	6,75
9			0,058	7,91
10			0,085	8,36
11			0,09	9,82
12			0,442	10,24
13			0,202	12,76
14			0,54	16,45
15			0,72	18,15
16			1,52	20,42
17			1,39	21,32
18			0,878	22,15
19			0,42	23,37

Débit = $2,38 \cdot 10^{-1}$ (ml/s)

T° = 52°C

	D11		R11	
	%	R T	%	RT
1	0,014	0,91	0,019	1,05
2	0,123	1,14	5,420	1,13
3	0,532	2,81	0,449	2,81
4	0,333	3,35	0,000	3,17
5	2,288	3,56	0,139	3,35
6	12,749	4,48	0,195	3,37
7	83,633	5,00	1,810	3,56
8	0,006	5,15	0,190	4,91
9	0,006	5,29	72,360	4,80
10	0,018	5,67	18,949	4,87
11	0,151	5,92	0,008	5,21
12	0,023	6,86	0,0018	5,61
13	0,026	7,16	0,180	5,84
14	0,013	8,32	0,010	6,83
15	0,076	8,62	0,0327	7,11
16	0,008	10,32	0,019	8,29
17			0,0726	8,60
18			0,0568	18,61
19			0,014	10,81
20			0,064	19,00

CHANNEL 8

INVEST

03:00:00

D. 11

1.34

3.35

0.01

0.50

1.10

5.15 5.00 5.00
 5.00 5.00
 5.00 7.10
 0.00 0.00

10.00

03:00:00

CH "D" TO

1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	10	INVEST	10
REGIM		ORIG	RT		ORIG	DO	
1	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
4	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
6	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
7	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
8	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
9	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
10	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
11	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
12	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
13	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
14	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
15	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
16	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
17	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
18	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
19	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
20	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
22	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
23	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
24	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
25	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
26	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
27	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
28	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
29	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
30	1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
TOTAL		100.			7.10		

Débit = $1,23 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 58°C

	D12		R12	
	%	R T	%	RT
1	0,008	0,91		1,85
2	0,207	1,14	7,498	1,13
3	0,467	2,8	0,364	2,8
4	0,003	3,16	0,321	3,33
5	0,318	3,35	1,854	3,55
6	2,196	3,54	57,788	4,69
7	25,559	4,54	21,347	4,77
8	28,484	4,74	10,05	4,81
9	33,338	4,92	0,009	5,18
10	8,968	4,95	0,017	5,57
11	0,007	5,11	0,206	5,82
12	0,007	5,25	0,034	6,78
13	0,012	5,65	0,039	7,89
14	0,007	5,65	0,026	8,25
15	0,179	5,88	0,166	8,57
16	0,024	6,83	0,022	9,78
17	0,033	7,13	0,022	10,8
18	0,018	8,29	0,058	15,72
19	0,111	8,6	0,015	18,98
20	0,007	9,81		
21	0,012	10,79		
22	0,034	18,97		

-2
Débit = $1,02 \cdot 10^{-2}$ (ml/s)

T° = 58°C

	D13		R13	
	%	R T	%	RT
1	0,085	0,9	0,061	1,61
2	0,623	3,81	0,104	2,91
3	2,704	3,94	0,199	2,92
4	96,203	5,61	0,274	3,49
5	0,05	6,6	1,897	3,7
6	0,167	6,92	48,671	4,81
7	0,021	8,1	47,789	5,83
8	0,027	8,52	0,009	5,41
9	0,095	10,21	0,022	5,81
10	0,012	12,53	0,273	6,02
11	0,014	20,5	0,01	6,64
12			0,049	7,05
13			0,052	7,37
14			0,040	8,59
15			0,232	8,91
16			0,026	18,13
17			0,029	11,15
18			0,016	14,89
19			0,083	16,12
20			0,16	19,34

Débit = $4,45 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 58°C

	D14		R14			R14	
	%	R T	%	RT		%	R T
1	0,116	0,9	0,126	1,61	26	0,074	18,31
2	0,504	3,02	0,29	2,91	27	0,131	19,14
3	0,343	3,62	0,27	3,49	28	0,865	19,78
4	2,247	5,15	1,327	3,69	29	0,082	20,29
5	40,984	5,48	0,362	3,92	30	0,136	20,68
6	55,379	5,63	50,24	4,85	31	0,006	23,35
7	0,004	5,81	44,505	5,01			
8	0,009	6,22	0,009	5,41			
9	0,02	6,5	0,025	5,83			
10	0,177	7,41	0,29	6,13			
11	0,008	7,52	0,0216	6,71			
12	0,018	7,87	0,041	7,09			
13	0,03	9,14	0,049	7,11			
14	0,017	9,47	0,054	7,47			
15	0,098	10,74	0,062	8,71			
16	0,006	11,78	0,173	9,05			
17	0,007	20,2	0,189	9,06			
18	0,033		0,013	9,64			
19			0,050	10,5			
20			0,08	11,4			
21			0,069	14,34			
22			0,042	15,25			
23			0,116	15,88			
24			0,226	16,67			
25			0,052	17,29			

.00
 1.00
 2.00
 3.00
 4.00
 5.00
 6.00
 7.00
 8.00
 9.00
 10.00
 11.00
 12.00
 13.00
 14.00
 15.00
 16.00
 17.00
 18.00
 19.00
 20.00
 21.00
 22.00
 23.00
 24.00
 25.00
 26.00
 27.00
 28.00
 29.00
 30.00
 31.00
 32.00
 33.00
 34.00
 35.00
 36.00
 37.00
 38.00
 39.00
 40.00
 41.00
 42.00
 43.00
 44.00
 45.00
 46.00
 47.00
 48.00
 49.00
 50.00
 51.00
 52.00
 53.00
 54.00
 55.00
 56.00
 57.00
 58.00
 59.00
 60.00
 61.00
 62.00
 63.00
 64.00
 65.00
 66.00
 67.00
 68.00
 69.00
 70.00
 71.00
 72.00
 73.00
 74.00
 75.00
 76.00
 77.00
 78.00
 79.00
 80.00
 81.00
 82.00
 83.00
 84.00
 85.00
 86.00
 87.00
 88.00
 89.00
 90.00
 91.00
 92.00
 93.00
 94.00
 95.00
 96.00
 97.00
 98.00
 99.00
 100.00

0.15

00.00

02:01:00

CH

NO

PO

L

FILE	1	METHOD	0	DATA	0	INJECT	0
SEARCH		SEARCH		SEARCH		SEARCH	
	1	0	0	0	0	0	0
	2	0	0	0	0	0	0
	3	0	0	0	0	0	0
	4	0	0	0	0	0	0
	5	0	0	0	0	0	0
	6	0	0	0	0	0	0
	7	0	0	0	0	0	0
	8	0	0	0	0	0	0
	9	0	0	0	0	0	0
	10	0	0	0	0	0	0
	11	0	0	0	0	0	0
	12	0	0	0	0	0	0
	13	0	0	0	0	0	0
	14	0	0	0	0	0	0
	15	0	0	0	0	0	0
	16	0	0	0	0	0	0
	17	0	0	0	0	0	0
	18	0	0	0	0	0	0
	19	0	0	0	0	0	0
	20	0	0	0	0	0	0
	21	0	0	0	0	0	0
	22	0	0	0	0	0	0
	23	0	0	0	0	0	0
	24	0	0	0	0	0	0
	25	0	0	0	0	0	0
	26	0	0	0	0	0	0
	27	0	0	0	0	0	0
	28	0	0	0	0	0	0
	29	0	0	0	0	0	0
	30	0	0	0	0	0	0
	31	0	0	0	0	0	0
	32	0	0	0	0	0	0
	33	0	0	0	0	0	0
	34	0	0	0	0	0	0
	35	0	0	0	0	0	0
	36	0	0	0	0	0	0
	37	0	0	0	0	0	0
	38	0	0	0	0	0	0
	39	0	0	0	0	0	0
	40	0	0	0	0	0	0
	41	0	0	0	0	0	0
	42	0	0	0	0	0	0
	43	0	0	0	0	0	0
	44	0	0	0	0	0	0
	45	0	0	0	0	0	0
	46	0	0	0	0	0	0
	47	0	0	0	0	0	0
	48	0	0	0	0	0	0
	49	0	0	0	0	0	0
	50	0	0	0	0	0	0
	51	0	0	0	0	0	0
	52	0	0	0	0	0	0
	53	0	0	0	0	0	0
	54	0	0	0	0	0	0
	55	0	0	0	0	0	0
	56	0	0	0	0	0	0
	57	0	0	0	0	0	0
	58	0	0	0	0	0	0
	59	0	0	0	0	0	0
	60	0	0	0	0	0	0
	61	0	0	0	0	0	0
	62	0	0	0	0	0	0
	63	0	0	0	0	0	0
	64	0	0	0	0	0	0
	65	0	0	0	0	0	0
	66	0	0	0	0	0	0
	67	0	0	0	0	0	0
	68	0	0	0	0	0	0
	69	0	0	0	0	0	0
	70	0	0	0	0	0	0
	71	0	0	0	0	0	0
	72	0	0	0	0	0	0
	73	0	0	0	0	0	0
	74	0	0	0	0	0	0
	75	0	0	0	0	0	0
	76	0	0	0	0	0	0
	77	0	0	0	0	0	0
	78	0	0	0	0	0	0
	79	0	0	0	0	0	0
	80	0	0	0	0	0	0
	81	0	0	0	0	0	0
	82	0	0	0	0	0	0
	83	0	0	0	0	0	0
	84	0	0	0	0	0	0
	85	0	0	0	0	0	0
	86	0	0	0	0	0	0
	87	0	0	0	0	0	0
	88	0	0	0	0	0	0
	89	0	0	0	0	0	0
	90	0	0	0	0	0	0
	91	0	0	0	0	0	0
	92	0	0	0	0	0	0
	93	0	0	0	0	0	0
	94	0	0	0	0	0	0
	95	0	0	0	0	0	0
	96	0	0	0	0	0	0
	97	0	0	0	0	0	0
	98	0	0	0	0	0	0
	99	0	0	0	0	0	0
TOTAL		100		1000000000		1000000000	

-3
Débit = $4,12 \cdot 10^{-3}$ (ml/s)

T° = 58°C

	D15		R15	
	%	R T	%	RT
1	0,006	0,9	0,043	1,05
2	0,081	1,13	19,868	1,12
3	0,467	2,80	0,277	2,80
4	0,004	3,17	0,263	3,35
5	0,304	3,35	1,376	3,54
6	1,354	3,56	76,826	4,64
7	0,858	3,71	0,026	4,71
8	58,879	4,78	0,020	5,50
9	37,599	4,95	0,289	5,75
10	0,012	5,13	0,052	6,73
11	0,008	5,27	0,059	7,86
12	0,019	5,66	0,064	8,27
13	0,179	5,91	0,337	8,58
14	0,023	6,85	0,032	9,80
15	0,031	7,14	0,039	10,83
16	0,018	8,32	0,026	14,52
17	0,109	8,63	0,029	15,76
18	0,006	9,82	0,028	16,20
19	0,011	10,82	0,030	16,52
20	0,031	18,98	0,310	16,52
21				

BIBLIOGRAPHIE

- 1 H- TATUS
Industrie moderne des parfums
Ed. J B BAILLIERE et FILS, 1932
- 2 RR et H MOYSE
Matière médicinale T II
MASSON et CIE Editeur 1967
- 3 Dictionnaire LAROUSSE
Imprimerie HERISSEY 2700 EVREUX
Mai 1980 Imprimé en France
- 4 E. GUENTHER
The essential oils Vol.III
Ed. ROBERT E.K. RIEGER, 1975.
- 5 GILDERMESTER et FROHOFFMAN
Les huiles essentielles, Tome II
Ed. SCHIMMEL et CIE, 1919.
- 6 NORME AFNOR
Huiles essentielles NFT 75-203
Imprimerie MAULDE et RENON Paris 1992.
- 7 GUENTHER
The essential oils vol II
Ed. SCHIMMEL et CIE, 1919
- 8 VAN DIJK et RUYS
Perfumery essential oil record 28 (1937), 91.
- 9 NICHOLLS
Perfumery essentials oil record 38 (1947), 241.

- 10 BENNETT
ibid 25(1934), 111.
- 11 BERTE
revista ital, essenze profumi 4 (1922), 112.
Cf. GILDERMEISTER and HOFFMAN, "Die atherischen öle"
3 d Ed., vol III. 82.
- 12 FERAL TEMELLI JOHN PO'CONNELL
Thermodynamic analysis of super critical carbon dioxide,
extraction of terpenes from cold-pressed orange oil 1990
American chemical society
- 13 GROCHOWSKI JANUSZ
Distillation et rectification
ENP Département Génie Chimique, 1980.
- 14 R. LEENAERTS
Technique industrielle de la couche mince
Technique de l'ingénieur J-2360
- 15 FIRME AMERICAINE [UIC]
- 16 PERRY DISTILLATION
Second completely revised and augmented
Ed. Inter Science New York 1965.
- 17 TRAMEBOUZE- Les réacteurs chimiques:
Conception, calcul, mise en oeuvre, 1984.
- 18 AA SWIGAR and R.M. SILVERSTEIN
Monoterpenes copy right 1981.
- 19 N. KERRI. Contribution à l'étude analytique par chromatographie
en phase gazeuse des constituants d'huiles essentielles.
ENP., Dép., Génie Chimique, juin 90.