

14/86

وزارة التعليم والبحث العلمي

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

1ed

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT: GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

EXTRACTION DE L'HUILE ESSEN-
TIELLE DU BOIS DE CEDRE DE
L'ATLAS PAR ENTRAINEMENT A
LA VAPEUR D'EAU.

Proposé par :

Pr. R. BELAIBES .

M^{me} R. DERRICHE .

Etudié par :

DIOURTE . G .

Dirigé par :

M^{me} R. DERRICHE .

PROMOTION : 1985-86

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROFESSEUR : Madame R. DERRICHE

ÉLÈVE INGÉNIEUR : Monsieur DIOURTE - Gnaraqagnan

Sujet : Extraction de l'huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas par entraînement à la vapeur d'eau.

Résumé : Notre travail a consisté dans un premier temps à la réalisation d'un équipement distillatoire (Alambic, condenseur) destiné à la distillation des plantes à huile.

En second lieu nous avons appliqué l'entraînement à la vapeur d'eau pour extraire l'huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas tout en étudiant certains paramètres pouvant modifier le rendement et en déterminant certaines propriétés physiques de cette huile.

Subject: Extraction of cedar essential oil by steam distillation.

Abstract: Our study consist firstly of the making up of a distilling apparatus (Alambic for the distillation of essence plants)
secondly we have applied the method of steam distillation to extract the cedar essential oil, while determining also some physical characteristics of this essential oil.

Dédicaces

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

A toute ma famille
A tous mes amis

Je dédie ce travail

Remerciements

de présent travail a été effectué au Département de Génie chimique sous la direction de Madame DERRICHE maître assistante à l'E.N.P., Chef de Département du Génie-chimique.

Qu'elle trouve ici l'expression de ma très profonde et sincère gratitude pour les conseils et la bienveillance qu'elle m'a sans cesse prodigués tout le long de ce travail.

J'exprime mes sincères remerciements à Monsieur R. BELABÈS Professeur à l'E.N.P., Directeur de la Post-Graduation à l'E.N.P qui n'a ménagé aucun effort pour me faire profiter de ses connaissances.

Je tiens à remercier très vivement Monsieur LOUALI qui nous a beaucoup aidé dans la réalisation de ce travail.

Je remercie également Monsieur S.E. CHITOUR Professeur à l'E.N.P., Directeur de l'E.N.P pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider la commission d'examen.

Mes remerciements vont aussi à

- Monsieur Tyczkowski : maître de conférences à l'E.N.P
- Monsieur BOUHGHAR : maître assistant à l'E.N.P

pour avoir accepté faire partie de mon jury

Je ne pourrai oublier tous mes amis et particulièrement Bengaly N'Zio, Bengaly, Kiritié ; Samogo N'iamatié, Braoré, Siaka pour leur support moral.

Membres du jury

President: Monsieur S.E. CHITOUR Professeur à l'E.N.P. - Directeur de l'E.N.P.

Examinateurs:

- Monsieur R. BELABÈS: Professeur à l'E.N.P., Directeur de la Post-Graduation à l'E.N.P.
- Monsieur TYCKOWSKI: Maître de conférences à l'E.N.P.
- Monsieur BOUMGHAR: Maître assistant à l'E.N.P.

Promoteur

- Madame R. DERRICHE: Maître assistante à l'E.N.P.; chef de département du Génie-chimique

Invité

- Monsieur LOUALI: Maître assistant à l'E.N.P. (Département de Mécanique)

Sommaire



A-Introduction Générale

1

B- Partie théorique

- I. Généralités sur les huiles essentielles 3
 - 1- Introduction
 - 2- de matériel végétale
 - 3- de la formation des huiles essentielles dans les plantes.
 - 4- des principaux constituants des huiles essentielles.

- II - Contrôle analytique des huiles essentielles 12
 - 1. Examen olfactif
 - 2. Caractéristiques physiques
 - 3. Caractéristiques chimiques

- III. Techniques de séparation et d'analyse des huiles essentielles 17
 - 1. Techniques de séparation
 - 2. Techniques d'analyse

- IV - Huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas 20

- V - Extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau (distillation ou hydrodistillation) 22
 - 1- Introduction
 - 2- des appareils distillatoires
 - a- Historique
 - b- Appareils

- chaudières
 - Alambic
 - Condenseur
3. d'entraînement à la vapeur
- 3-1 - Introduction
 - 3-2 - Théorie de la distillation
 - 3-3 - Conditions générales de la distillation
 - 3-4 - Règles à observer pour la distillation
 - 3-5 - Pratique de la distillation
 - a. Conservation de la matière première
 - b. Traitement de la matière première
 - c. Méthodes générales de la distillation.
 - Distillation à l'eau
 - Distillation à la vapeur
 - Distillation à l'eau et à la vapeur d'eau
 - d. Effets accompagnant la distillation
 - e. Problèmes rencontrés au cours de la distillation
 - 3-6 - Conclusion

VI - des autres procédés d'extraction des huiles essentielles 44

- 1. Enfleurage
- 2. Expression
- 3. Extraction par solvant volatil. X

c. Partie réalisation

- 1. Introduction 46
- 2. Equipement
 - Alambic
 - Condenseur
- 3. Fonctionnement de l'appareil. 48

D. Partie expérimentale

- 1- Préparation de la matière première
- 2- Mode opératoire
- 3- Résultats
- 4- Interprétation
- 5- Conclusion

E. Conclusion Générale.

Notations

- d^{15} = densité mesurée à 15°C
 d_{moy}^{15} = densité moyenne
 n_{20}^{20} = indice de réfraction pris à 20°C
 n_{moy}^{20} = indice de réfraction moyen
 P_{ch} = poids de la charge
 V_h = volume d'huile
 V_d = volume de distillat
 V_e = volume d'eau contenue dans le distillat
 R = rendement
 R_{moy} = rendement moyen
 P_h = poids d'huile
 N_p = nombre de plateaux
 T_d = durée de la distillation
 α_D = pouvoir rotatoire
 $I.A$ = indice d'acide
 $I.E$ = indice d'ester (ou I.S = indice de saponification)
 $I.E_{ac}$ = indice d'ester après acétylation
 E_i = i^{ème} Essai
 $d.d$ = degré de division de la matière première
 $d.d_1$ = division grossière de la matière
 $d.d_2$ = matière finement divisée
 $d.d_3$ = matière très finement divisée
 T_d = Taux de distillation

INTRODUCTION GENERALE



des huiles essentielles, connues également sous le nom d'essences naturelles ou encore huiles volatiles, sont des substances odorantes, volatiles incolores ou jaunâtres, inflammables, s'altérant à l'air en résinifiant et que certaines plantes renferment en proportions parfois considérables.

Si la connaissance exacte et la mise en valeur de ce qu'on convient dans ces derniers temps d'appeler huiles essentielles, sont des conquêtes relativement récentes, ce n'est pas à dire que l'importance de ces substances d'origine végétale soit échappé aux anciens.

On savait dès la haute antiquité que par expression à chaud ou à froid des semences, des fruits et autres parties des plantes on obtenait souvent des huiles odorantes. Une confusion complète existait toutefois jusqu'au 17^e siècle entre les corps gras et les huiles distillées proprement-dites qui avaient été cependant préparées déjà par les Hindous, les Egyptiens et les peuples qui se succédaient.

Au cours du dernier siècle, l'importance acquise par les huiles essentielles et la mise au point de techniques d'analyse perfectionnées permirent une connaissance approfondie de la composition et des propriétés des huiles essentielles et leur emploi ne se borna plus à la médecine qui était la principale utilisatrice de ces substances.

Le pendant la grande divergence que l'on relève dans les constantes fixées par les pharmacopées en ce qui concerne les huiles essentielles, démontrent que la composition de ces produits et surtout les limites entre lesquelles peuvent varier leurs propriétés ne sont pas encore établies avec une précision suffisante.

La diversité des matières premières (feuilles, tiges, écorces, fleurs etc.) et la sensibilité considérable de certaines essences oblige à n'employer que des moyens peu violents et sans intervention d'agents chimiques trop énergétiques,

font comprendre qu'il ne puisse pas exister un procédé unique d'obtention des huiles essentielles. Cependant ces procédés sont limités à quatre procédés généraux qui sont:

- l'Enfleurage
- l'extraction par solvant volatil
- l'expression
- l'entraînement à la vapeur d'eau appelé encore distillation ou hydrodistillation

Parmi ces différents procédés, l'entraînement à la vapeur d'eau qui est le plus utilisé fait l'objet de ce présent travail.

Notre travail a consisté dans un premier temps à la réalisation d'un équipement distillatoire constitué d'une chambre et d'un condenseur.

En second lieu nous avons appliqué la méthode d'entraînement à la vapeur d'eau pour extraire l'huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlant tout en déterminant certaines propriétés de cette huile essentielle.

Enfin nous étudierons l'influence de certains paramètres (nombre de plateaux, débit du distillat etc...) sur le rendement en huile.

PARTIE THÉORIQUE

I. Généralités sur les huiles essentielles

1. Introduction

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

Les essences fraîchement extraites ont généralement une odeur moins forte que celles qui ont subi pendant quelque temps l'action de l'oxygène de l'air d'où il serait permis de conclure que l'oxydation de l'essence ou d'un de ses éléments influe sur la formation ou du moins sur l'intensité d'émanation du parfum, mais lorsque l'oxydation atteint un certain degré, le parfum s'altère, perd sa finesse.

Réellement distillées, les huiles essentielles sont pour la plupart incolores ou jaunâtres.

La densité des huiles essentielles varie entre 0,8 et 1,2, la plupart d'entre elles sont plus légères que l'eau avec une densité de 0,85 à 0,98.

La densité varie du reste pour une même essence suivant l'âge et le mode d'extraction; les huiles vieilles sont plus lourdes que les huiles fraîches.

Le point de congélation varie beaucoup plus que le point de fusion le point d'ébullition est très variable parce que la composition des essences naturelles (huiles essentielles) est rarement uniforme, il varie entre 160° et 240°C. des essences se vaporisent néanmoins avec la vapeur d'eau, ce qui permet de les extraire par distillation.

Les huiles essentielles sont très inflammables, elles ne sont pas miscibles à l'eau et ne s'y dissolvent qu'en très faible proportion. Cependant malgré cette faible solubilité, elles communiquent à l'eau et après un contact plus ou moins prolongé un parfum plus ou moins intense.

Toutes les essences sont solubles dans l'éther éthylique, le chloroforme, le sulfure de carbone, l'éther de pétrole et dans l'alcool absolu, sauf quelques rares exceptions.

La solubilité dans l'alcool varie, elle fournit pour certaines essences un critère de pureté. Les huiles essentielles diffèrent autant par leur composition que par leurs propriétés physiques.

X 2. de matériel végétal

Une huile essentielle doit avant tout autre chose être rapportée au matériel végétal d'où elle est issue.

En effet il est rare de trouver dans une population donnée deux individus absolument identiques; les plantes constituant une même espèce pouvant inclure des centaines et parfois des milliers de combinaisons génétiques -

la position d'une plante, dans la classification générale, son mode de vie, les parties de son organisme qui servent à la production de l'essence, les qualités de cette essence selon l'origine de la plante, l'espèce, le climat, la terre, voilà des facteurs importants dont la connaissance s'impose dans la pratique.

Deux variétés d'une même essence provenant de différents pays se trouvent souvent très dissemblables qu'on ne s'aurait les confondre.

Il n'existe pas de parallélisme entre la classification des plantes et celle des odeurs; les plantes appartenant à une même famille botanique peuvent produire des essences à odeur très différente, inversement des espèces appartenant à des familles lointaines seraient douées de caractères olfactifs plus ou moins communs ou approchés. Les conditions et les facteurs botaniques décident de l'évolution et par conséquent des qualités d'une essence.

des recherches scientifiques témoignent des modifications de la teneur en divers constituants chimiques d'une essence suivant les étapes successives du développement de la plante. Alors qu'au premier stade de végétation la plante est riche en composés alcooliques, ceux-ci s'estérifient aux dépens des acides formés pendant la floraison à mesure que celle-ci progresse.

Parmi les facteurs qui apportent des modifications aux huiles essentielles, on peut citer:

- les hybridations qui introduisent l'hétérogénéité dans ^{un} peuplement végétal. la composition de l'huile de ces hybrides est très variable et

- se situe en général entre celle des huiles essentielles des parents.
- les races chimiques: pour une même espèce botanique, il peut exister plusieurs « races chimiques » qui pourront fournir des huiles essentielles de composition différente.
 - les facteurs de mutation: une race chimique nouvelle peut apparaître et provoquer des modifications profondes dans la composition de l'huile essentielle.
 - les facteurs écologiques et géographiques: des différences quantitatives peuvent apparaître dans la composition d'huile essentielle de végétaux acclimatés dans des zones géographiques différentes.
 - les variations ontogénétiques: elles sont généralement importantes, et produisent des modifications à la fois quantitatives et qualitatives se produisant au cours de la croissance du cycle annuel du végétal. La période de récolte et l'âge du végétal interviennent également sur le rendement et la composition de l'huile essentielle.
 - le traumatisme ou parasitisme du végétal: apporte des modifications dans le rapport des constituants des huiles essentielles.
 - le site producteur peut également influencer sur le rendement et la composition de l'huile essentielle.

3. Formation des huiles essentielles dans les plantes.

La plupart des plantes odorantes doivent leur parfum à un mélange complexe de combinaisons différentes, rarement à un corps unique. Dans certaines plantes, le parfum contient parfois un élément prédominant qui ôte toute importance aux autres.

Presque toutes les familles des plantes participent à la production des parfums et bien que toutes les parties de la plante puissent produire du parfum, celui-ci s'accumule de préférence dans un organe déterminé (fleurs, racines, feuilles etc.). Deux questions se posent:

- Où et à quel niveau se forment les essences ?
- Comment et par quel mécanisme se produisent les essences ?

Il n'existe pas de loi générale pour la localisation des essences, celles-ci se forment plus ou moins tardivement chez le végétal, s'accumulent parfois dans les organes verts ou en voie de croissance.

La lumière solaire, plus encore que l'oxygène de l'air est la cause des transformations chimiques qui s'effectuent dans les plantes; c'est elle qui intervient dans leur nutrition, dans la formation et le dégagement du parfum. Cependant les plantes exposées à une luminosité trop intense paraissent avoir un parfum moins agréable que celles dans lesquelles une lumière modérée maintient la pression d'eau dans un certain état d'équilibre.

On constate généralement des variations de teneur au moment de la floraison et de la fructification. Cependant cette hypothèse est beaucoup controversée de nos jours et certains auteurs pensent que l'huile essentielle se forme et précipite en certains points précis, que l'appareil sécréteur produit l'essence in situ et que ce n'est pas un organe de réserve. Cette sécrétion peut être modifiée largement par des facteurs externes, mais serait surtout sous la dépendance de facteurs génétiques; le lieu de formation serait aussi le lieu d'accumulation, mais on ne peut pas généraliser ces faits connus qui ne s'appliquent qu'à certaines espèces.

4- des principaux constituants des huiles essentielles.

Il est du plus grand intérêt, aussi du point de vue purement spéculatif qu'au point de vue pratique de connaître de façon précise, la nature et les propriétés des principes qui composent les huiles essentielles.

Il arrive très souvent que la composition de l'essence d'une même plante soit très variable, selon qu'elle est extraite de l'un ou de l'autre organe de cette plante, il s'en suit également que ces produits ont des propriétés fort différentes.

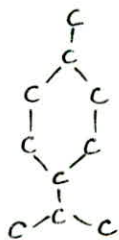
De même les essences provenant d'une même partie de plante accusent entre elles de différences notables dues à l'état de maturité, aux conditions climatiques ou encore à la nature du sol. Même lorsque ces dernières

conditions sont identiques, on peut parfois obtenir de essences de caractères différents si l'on apporte quelques modifications au procédé d'extraction.

Au point de vue de leur composition élémentaire les huiles essentielles n'offrent pas une grande diversité. Toutes renferment du carbone et de l'hydrogène auxquels chez la plupart d'entre elles vient se joindre l'oxygène en proportion plus ou moins grande, beaucoup plus rarement on y rencontre l'azote ou le soufre ou encore ces deux éléments réunis. Parmi les constituants définis des huiles essentielles, on rencontre des composés qui par leurs liens étroits, par leur relation de composition et de structure, par l'ensemble de leurs propriétés, ont formé un groupe homogène dans le système des connaissances chimiques actuelles.

On les désigne sous le nom de composés terpéniques avec différents sous-groupes (hydrocarbures, Alcools, Aldéhydes, Acides, Cétones etc..)

Au point de vue de leur constitution, les composés terpéniques possèdent dans leurs molécules de tels arrangements des atomes de carbone que leurs squelettes sont identiques à celui du para-cymène ou peuvent l'engendrer facilement.



para-cymène

a- Hydrocarbures

Au point de vue odorant, les hydrocarbures comptent parmi les constituants les moins intéressants des huiles essentielles. La plupart d'entre eux se rattachent à la série terpénique et par leur composition et par l'ensemble de leurs propriétés. D'autres au contraire se rangent hors de cette série.

des hydrocarbures terpéniques peuvent être considérés comme répon-

dant à la formule générale $(C_5H_8)_n$

- $n=1$ on a les hémiterpéniques (ou monoterpènes)
- $n=2$ on a les terpènes
- $n=3$ on a les sesquiterpènes
- Enfin ceux pour lesquels la valeur de n est supérieure à 3 portent le nom de polyterpènes

b. Alcools et Ethers

des composés alcooliques jouent un rôle très important comme principes odorants des végétaux, et la plupart d'entre eux sont extrêmement répandus dans les huiles essentielles où on les rencontre soit à l'état libre, soit à l'état d'ethers composés, soit partie à l'état libre partie à l'état de combinaison avec les acides.

des alcools de la série terpénique peuvent être considérés comme provenant des terpènes $C_{10}H_{16}$, les dihydroterpènes $C_{10}H_{18}$ ou des sesquiterpènes $C_{15}H_{24}$ et distribués entre les groupes suivants:

- Un homologue inférieur $C_9H_{16}O$ des alcools terpéniques de la formule $C_{10}H_{18}O$
- Des alcools terpéniques proprement dits: alcools $C_{10}H_{16}O$ pouvant dériver des terpènes $C_{10}H_{16}$ par substitution d'un groupement OH à un atome d'hydrogène; alcools $C_{10}H_{18}O$ correspondant à des produits d'addition d'une molécule d'eau à une molécule de terpènes $C_{10}H_{16}$; alcools $C_{10}H_{20}O$ provenant de l'hydratation des dihydroterpènes $C_{10}H_{18}$
- Des alcools sesquiterpéniques répondant, soit à la formule $C_{15}H_{24}O$, soit à la formule $C_{15}H_{26}O$. des premiers correspondent à des produits de substitution de OH à un atome d'hydrogène dans les sesquiterpènes $C_{15}H_{24}$; les seconds aux produits provenant de la fixation d'une molécule d'eau sur ces mêmes carbures.

des alcools non terpéniques des huiles essentielles comprennent de représentants de la série grasse saturés ou non saturés, des représentants de la série aromatique (les uns saturés les autres non saturés,

à fonction simple ou à fonction mixte -

c. Aldéhydes.

des aldéhydes contenues dans les huiles essentielles sont assez nombreuses et jouent au point de vue du parfum, un rôle de première importance. Elles ont quelques représentants dans la série terpénique, mais on rencontre la plupart hors de cette série

des aldéhydes de la série terpénique comprennent:

- Un homologues inférieur $C_9H_{12}O$ des aldéhydes terpéniques de la formule $C_{10}H_{14}O$
- Des aldéhydes proprement dites: aldéhydes $C_{10}H_{14}O$ qui correspondent aux alcools $C_{10}H_{16}O$, des aldéhydes $C_{10}H_{16}O$ qui correspondent aux alcools $C_{10}H_{18}O$ et des aldéhydes $C_{10}H_{18}O$ qui correspondent aux alcools de formule $C_{10}H_{20}O$
- Une aldéhyde homoterpénique $C_{11}H_{16}O$
- Une aldéhyde sesquiterpénique $C_{15}H_{22}O$ correspondant à un alcool sesquiterpénique $C_{15}H_{24}O$

des aldéhydes non terpéniques contenues dans les huiles essentielles appartiennent les unes à la série grasse, les autres à la série aromatique. Les dernières sont à fonction simple ou à fonction mixte.

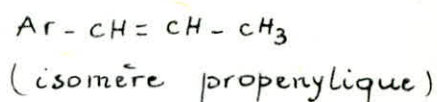
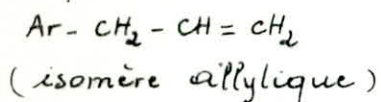
d. Phénols et dérivés phénoliques

Cette classe de composés est extrêmement importante et compte des représentants nombreux et très répandus dans les huiles essentielles. Elle comprend:

- Des composés d'une fonction phénol
- Des composés phénoliques possédant en même temps la fonction éther, oxyde de phénol
- Des diphénols et des quinones.
- Des éthers oxydes de phénol chez lesquels le groupement fonctionnel (généralement méthoxylique ou oxyméthylrique) se trouve ou non répété.

Parmi les phénols et les éthers oxydes de phénol, il est un certain nombre

de corps dont la molécule renferme la chaîne latérale C_3H_5 , chacun d'eux peut alors exister sous les deux formes isomériques correspondant aux formules:



dans lesquels Ar désigne le noyau aromatique plus ou moins substitué. On passe de la première forme à la seconde par un traitement au moyen d'un alcali (potasse alcoolique par exemple)

Par oxydation la chaîne allylique se transforme, mais avec de mauvais rendements en groupement aldéhydique ($-\text{CHO}$). Des résultats sont beaucoup plus avantageux lorsqu'on opère sur les composés propényliques, la double liaison se prêtant alors d'une façon plus parfaite à la rupture de la molécule. Plusieurs de ces composés existent à l'état naturel sous les deux formes isomériques.

e. Cétones.

On rencontre dans les huiles essentielles, un assez grand nombre de cétones qui accompagnent souvent les alcools secondaires dont ils dérivent d'ailleurs par oxydation.

Comme les alcools et les aldéhydes, les cétones qui entrent dans la composition des huiles essentielles peuvent se diviser en deux groupes de cétones terpéniques et cétones non terpéniques.

des cétones terpéniques se divisent en:

- Homologues inférieurs $C_9H_{14}O$ des cétones terpéniques $C_{10}H_{16}O$
- Cétones proprement dites qui correspondent soit à des alcools secondaires $C_{10}H_{16}O$ (elles ont alors la formule $C_{10}H_{14}O$), soit à des alcools secondaires $C_{10}H_{18}O$ (leur formule est alors $C_{10}H_{16}O$), soit à des alcools secondaires $C_{10}H_{20}O$ (elles répondent dans ce cas à la formule $C_{10}H_{18}O$)
- Homologues supérieurs $C_{11}H_{16}O$ et $C_{13}H_{18}O$ des cétones terpéniques de la formule $C_{10}H_{14}O$.
- Deux cétones qui sont des isomères de l'ionone produit de condensation du citral (aldéhyde terpénique) avec l'acétone ordinaire.

- Une cétone alcool $C_{10}H_{15}(OH)O$, le diasphénol qui peut être considéré comme produit de substitution de OH à un atome d'hydrogène d'une cétone $C_{10}H_{16}O$

- Cétones sesquiterpéniques

des cétones non terpéniques ont des représentants dans la série grasse et des représentants dans la série aromatique.

f. Acides

la partie aqueuse qui se condense au cours de la préparation des huiles essentielles par distillation au moyen de la vapeur d'eau renferme parfois des acides gras libres. On peut dire que d'une façon générale les acides ne sont contenus qu'en très faible proportion dans les huiles essentielles; certaines de ces dernières sont cependant extrêmement riches en acides

g. Oxydes

des oxydes sont très nombreux dans les huiles essentielles, mais en revanche l'un d'eux le cinéol ou eucalyptol, y est très répandu.

Comme dans les autres groupes de composés nous avons des représentants de la série terpénique et des représentants de la série non terpénique.

h. Composés azotés

la présence de composés azotés dans les huiles essentielles est assez fréquente et quelques uns de ces composés jouent des rôles très importants du point de vue des parfums.

des composés azotés des huiles essentielles peuvent être divisés en plusieurs groupes:

- On rencontre parmi eux des acides aminés ou des dérivés de ces corps
- Certaines huiles essentielles renferment des nitriles.
- On rencontre aussi des combinaisons à noyaux azotés

i. Composés sulfurés

des composés sulfurés que l'on rencontre dans les huiles essentielles appartiennent soit au groupe des sulfures (thioethers) soit à celui des éthers isosulfocyaniques.

D. CONTROLE ANALYTIQUE des huiles ESSENTIELLES

des huiles essentielles, objet de transactions commerciales, souvent très importantes en valeur monétaire doivent répondre à des normes imposées par les pays exportateurs et importateurs qui ont été établies par des commissions nationales et des commissions internationales d'experts : AFNOR (Association Française de Normalisation) I.S.O (International Standard Organization) et d'autres commissions de normalisation.

d'état de pureté et la valeur intrinsèque et par suite commerciale des essences sont déterminés par une analyse qui doit toujours être complétée par un examen olfactif. Toutefois, plusieurs procédés employés ne donnent que des résultats approchés qui varie avec le mode et les conditions de son application.

Une condition avantageuse de certains essais, même approchés est leur simplicité et leur rapidité. Malgré leur exactitude insuffisante pour un marché, ils pourront cependant, appliqués dans des conditions toujours semblables, donner des renseignements utiles pour la conduite et le contrôle d'une fabrication.

des déterminations analytiques les plus courantes, se divisent en :

- Caractéristiques physiques
- Caractéristiques chimiques
- Examen olfactif

1. Caractéristiques physiques

des constantes physiques les plus utiles à mesurer sont :

- a. La coloration

Sa détermination est effectuée au calorimètre de LOVIBOND basé sur le principe de trivalence visuelle (filtres jaune, rouge et bleu)

- b. Densité (ou poids spécifique)

Elle est mesurée à la balance de WESTPAL qui permet de prendre rapidement un poids spécifique avec une approximation suffisante. Elle donne des chiffres précis jusqu'à la troisième décimale.

Dans une recherche très exacte, il est préférable d'employer un picnomètre dont l'usage est également recommandé dans le cas des essences visqueuses.

de poids spécifique étant fourni pour une température de 15 ou 20°C, il y a intérêt à opérer à ces températures ou dans les voisinages immédiats. La correction dans les limites de 0 à 30°C est en moyenne de 0,0008 par degré de température, la loi de variation du poids spécifique étant représentée dans cet intervalle graphiquement par une droite.

Dans le cas des essences visqueuses, il y a intérêt à faire la mesure à une température plus élevée et à ramener ensuite à la température de 15 ou 20 par correction.

des densités des huiles essentielles peuvent varier entre des limites assez étendues de 0,834 pour l'huile essentielle de Rue à 1,189 pour l'huile essentielle de Wintergreen.

c- Point de fusion et Point de congélation.

Ils ne sont pas les mêmes par suite de surfusion; les conditions de l'essai ont une influence, aussi convient-il d'opérer toujours de la même façon.

- le point de fusion pour les corps purs ou pour certaines essences est pris à l'aide de la méthode classique.

- le point de congélation exige un matériel un peu compliqué (appareil de BECKMANN simplifié)

Pour certaines essences ne présentant pas le phénomène de surfusion, comme l'essence de rose le point de congélation est la température à laquelle apparaissent les premiers cristaux.

d- Pouvoir rotatoire (ou déviation polarimétrique)

On la mesure au moyen d'un polarimètre à lecture directe ou photoélectrique avec un tube de 100 mm ou des tubes de 50 et 20 mm dans le cas des essences colorées afin de diminuer le trajet optique du faisceau de lumière polarisée. On ramène dans tous les cas le résultat trouvé à 100 mm en le multipliant par 2 ou 5. On doit prendre soin d'indiquer le tube dont on s'est servi, l'erreur étant multipliée par le même coefficient que l'angle.

d'influence de la température au voisinage de 15 à 20°C est négligeable sauf dans le cas des essences à haute déviation.

Dans le cas des produits solides on prépare une solution dans un solvant inactif (par exemple CCl_4), on dissout le poids de substance dans un volume mesuré de solvant. $[\alpha]_D$ qui représente le pouvoir rotatoire de la substance est exprimé par:

$$[\alpha]_D = \frac{100 \cdot d}{l \cdot c}$$

- * d = angle de déviation
- * l = longueur du tube en dm
- * c = concentration (en g/ml)

La mesure peut être effectuée avec des radiations de longueur d'onde différente.

e- Température d'ébullition -

Elle ne présente aucun intérêt que pour les corps définis chimiquement. Une huile essentielle formée de composants divers bout entre des limites de températures variables qui ne caractérise pas l'huile.

f- Indice de réfraction -

Il n'est pas pour les huiles essentielles une caractéristique de la valeur des précédentes; mais cependant utile à mesurer en ce qui concerne les corps purs; il fournit des indications au sujet du nombre et de la position des doubles liaisons. On la mesure au moyen du réfractomètre d'ABBE -

la température a une influence et on doit la noter soigneusement - la variation moyenne par degré de température est de 0,00044 - la mesure doit être faite à 20°C et l'on fera la correction nécessaire si l'on opère à une température différentes.

des indices de réfraction des huiles essentielles, sont compris entre de limites assez étroites: 1,434 pour l'huile essentielle de Rue et 1,61 pour l'huile essentielle d'écorce de camélier. Ils augmentent avec le vieillissement sauf pour les huiles contenant de l'anéthol

g- Viscosité

Cette constante donne des indications précieuses. On la mesure à l'aide

de la pipette compte-gouttes de DUCLAUX.
 la viscosité apparente est la durée d'écoulement d'un ml d'huile et la viscosité spécifique est la durée d'écoulement d'un gramme d'essence (huile essentielle)

h- Pouvoir réfringent spécifique.

Appelé encore constante de réfraction, il est donné par la formule

$$I. R. S = \frac{n^2 - 1}{(n^2 + 2) P_s}$$

P_s étant le poids spécifique, à la température à laquelle est pris l'indice de réfraction n .

i- Solubilité dans les alcools dilués.

la mesure de la solubilité permet de déceler rapidement certaines falsifications grossières ou encore l'état de fraîcheur d'une huile essentielle.

On l'exprime en nombre de volume d'alcool éthylique de titre connu pour un volume connu d'huile essentielle. On emploie surtout des alcools à 60, 70, 80 et 90 degrés alcooliques. On note la température à laquelle on a effectué la mesure.

2- Caractéristiques chimiques

des constantes chimiques les plus importantes à mesurer, sont :

a- Acidité = qui exprime le nombre de milligrammes de KOH nécessaire pour neutraliser un gramme de substance. Le but de cet essai est de doser les acides libres.

b- Indice de saponification : Cet essai a pour but de doser les esters contenus dans les essences ; l'indice de saponification est le nombre de milligrammes de KOH nécessaire pour saponifier un gramme d'essence, il est pris sur les essences brutes. Il comprend à la fois la quantité de KOH nécessaire pour saponifier les éthers et pour neutraliser les acides libres.

On appelle indice d'éther la différence entre l'indice de saponification et l'indice d'acide.

c- Indice de saponification après acétylation : Cet essai a pour objet de

I. Généralités sur les huiles essentielles

1. Introduction

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

Les essences fraîchement extraites ont généralement une odeur moins forte que celles qui ont subi pendant quelque temps l'action de l'oxygène de l'air d'où il serait permis de conclure que l'oxydation de l'essence ou d'un de ses éléments influe sur la formation ou du moins sur l'intensité d'émanation du parfum, mais lorsque l'oxydation atteint un certain degré, le parfum s'altère, perd sa finesse.

Réellement distillées, les huiles essentielles sont pour la plupart incolores ou jaunâtres.

La densité des huiles essentielles varie entre 0,8 et 1,2, la plupart d'entre elles sont plus légères que l'eau avec une densité de 0,85 à 0,98.

La densité varie du reste pour une même essence suivant l'âge et le mode d'extraction; les huiles vieilles sont plus lourdes que les huiles fraîches.

Le point de congélation varie beaucoup plus que le point de fusion le point d'ébullition est très variable parce que la composition des essences naturelles (huiles essentielles) est rarement uniforme, il varie entre 160° et 240°C. des essences se vaporisent néanmoins avec la vapeur d'eau, ce qui permet de les extraire par distillation.

Les huiles essentielles sont très inflammables, elles ne sont pas miscibles à l'eau et ne s'y dissolvent qu'en très faible proportion. Cependant malgré cette faible solubilité, elles communiquent à l'eau et après un contact plus ou moins prolongé un parfum plus ou moins intense.

Toutes les essences sont solubles dans l'éther éthylique, le chloroforme, le sulfure de carbone, l'éther de pétrole et dans l'alcool absolu, sauf quelques rares exceptions.

La solubilité dans l'alcool varie, elle fournit pour certaines essences un critère de pureté. Les huiles essentielles diffèrent autant par leur composition que par leurs propriétés physiques.

donner la teneur de l'essence en alcools totaux (libres et combinés)

d- Teneur en produits solubles dans la soude = C'est la méthode de dosage des phénols

e- Teneur en produits solubles dans le bisulfite de soude = Cet essai permet de déceler et de doser certaines aldéhydes.

3- Examen olfactif

d'examen olfactif qui précède ou suit toute analyse est indispensable car si l'odeur de l'huile essentielle n'est pas satisfaisante, il importe peu que les constantes physico-chimiques soient correctes; le produit est à rejeter d'essai olfactif est conduit par une comparaison avec un échantillon type d'huile essentielle aussi frais que possible et doit être fait par un parfumeur responsable du contrôle de qualité, soit par un groupe de spécialistes. Cet essai est d'autant utile qu'avec le progrès des techniques et de la synthèse, on parvient à donner à une essence falsifiée les caractères physico-chimiques et une essence pure.

III. TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE SEPARATION DES HUILES ESSENTIELLES

d'analyse quantitative et qualitative des huiles essentielles, même si elle fait intervenir de nombreuses déterminations physiques et chimiques ne saurait suffire à la définir totalement. Il est donc nécessaire d'y ajouter l'étude de la composition chimique. Or l'analyse fine quantitative et qualitative des huiles essentielles fait appel à un nombre considérable de méthodes et de techniques.

L'évolution des moyens techniques a conduit à une plus grande précision des résultats et à une réduction des échantillons à analyser.

Autrefois, les techniques d'isolement, de séparation et de purification consistaient essentiellement à l'utilisation de :

- la distillation fractionnée
- la solubilisation sélective dans des solvants de polarités différentes.
- l'extraction au moyen d'une réaction chimique sélective.

L'emploi de ces méthodes et techniques exigeait des quantités relativement importantes d'huiles essentielles.

L'identification des constituants isolés et purifiés se faisait par des procédés classiques et subjectifs.

L'introduction des méthodes microanalytiques a permis l'identification et le dosage des produits même à l'état de traces.

Ces méthodes consistent en l'utilisation de techniques de séparation et d'analyse de structure chimique.

1. Techniques de séparation

a- Chromatographie en phase gazeuse : elle s'est montrée une méthode appropriée à la séparation et à l'identification des divers constituants des huiles essentielles particulièrement avec la programmation de la température. Elle permet à la fois l'analyse quantitative et qualitative.

En plus de cette technique de choix dans l'analyse des huiles essentielles, d'autres techniques chromatographiques ont été appliquées, il s'agit de :

b- la chromatographie d'absorption sur colonne : utilisée principalement pour la séparation des substances lipophiles.

c. Chromatographie de partage sur papier = elle est appliquée aux huiles essentielles en utilisant des papiers hydrofugés, ou en transformant préalablement certains constituants des huiles essentielles avant la chromatographie. Un aspect moderne de cette technique, la chromatographie à développement radial, a été développée ces dernières années dans l'étude des produits d'origine végétale.

d. Chromatographie en couche mince = destinée principalement à la séparation des substances liposolubles de polarité modérée. La chromatographie en couche mince tend à ouvrir une nouvelle voie dans l'étude des huiles essentielles.

e. Chromatographie en phase liquide de haute performance (H.P.L.C). Cette technique très récente a été jusqu'ici peu utilisée dans l'étude de la composition des huiles essentielles. Ceci est dû en partie aux limites imposées par les différents systèmes de détection qui n'arrivent pas à couvrir toute la gamme de structures rencontrées dans les huiles essentielles.

2. Techniques d'analyse des structures.

a. des spectrométries Infra-rouge et Ultra-violettes :

Elles constituent l'une des premières méthodes physiques employées dans l'examen de la structure moléculaire des composés organiques.

b. de la Résonance Magnétique Nucléaire (R.M.N)

Elle est utilisée pour établir la stéréochimie des corps volatils.

c. de la spectrométrie de masse :

Technique largement utilisée dans l'étude des substances odorantes elle a trouvé de nombreuses applications sur les hydrocarbures terpéniques, les hydrocarbures sesquiterpéniques, les aldéhydes et cétones terpéniques et sur les différents modes de fragmentation des hydrocarbures monoterpéniques.

d. Technique de couplage chromatographie en phase gazeuse - spectrométrie de masse :

Elle permet de mettre en évidence des composés existant à l'état de traces.

dans les huiles essentielles.

Toutes ces techniques ont le grand avantage de permettre de travailler sur des quantités infimes de produits.

IV - L'HUILE ESSENTIELLE DU CÈDRE DE L'ATLAS

de cèdre de l'Atlas (*Cedrus Atlantica*), variété du cèdre de Liban, est un arbre de première grandeur dont la longévité peut atteindre plusieurs siècles et qui acquiert des dimensions exceptionnelles.

En Algérie le cèdre occupe une région très caractéristique, comprise entre 1.300 et 2.000 mètres d'altitude. L'étendue du cèdre en Algérie constituant une immense richesse naturelle faisait appel à l'attention du colonisateur.

La superficie totale que couvrent en Algérie les boisements de cèdre n'est pas inférieure à 35.000 hectares et dépasse même probablement ce chiffre. Le bois de cèdre n'est pas seulement propre à faire des traverses, il est susceptible d'un très beau poli et très apprécié dans la menuiserie; l'essence qu'il renferme le préservant de la vermoulure (préservation contre les vers)

Essence du bois de cèdre de l'Atlas:

L'essence du bois de cèdre de l'Atlas est préparée en Algérie par distillation. C'est un produit que son fabricant désigne sous le nom de « Libanol-Boise » et qui trouve son emploi en médecine, pour le traitement des bronchites, de la tuberculose, de la bleunorrhagie ainsi que de certaines affections de la peau. Plus récemment, on a employé cette essence en parfumerie; bi-rectifié, cette essence est maintenant d'un usage fréquent dans la fabrication des savons parfumés.

- Composition de l'essence du bois de cèdre de l'Atlas = Dans les premières proportions on a caractérisé de petites acétone et environ 5% d'une fraction bouillant de 180 à 250°C qui renferme des cétones $C_9H_{14}O$. On a déterminé en outre, comme constituant principal des proportions à point d'ébullition élevé de l'essence, le d-cadiène.

Quelques propriétés de différentes huiles essentielles de cèdre

Essence	Propriétés	d^{15}	$[\alpha]_D$	n_D^{20}	I. A	I. S (m.l.é)	I. E après <i>rectifié</i>
Cèdre de l'Atlas		0,95 à 0,968	+46 à +62°	1,512 à 1,517	2	3 à 11	30 à 46
Cèdre de Virginie		0,943 à 0,961	-25 à -42°	1,504	1	6,5	26 à 42
Cèdre de l'Ataque orientale		0,9876	-37° 10'	1,50893	14,9	8,4	70
Cèdre de Haïti		0,9612	-15° 58'	-	2,7	64	5,0

V. Extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau (distillation ou hydrodistillation)

1. Introduction.

des huiles essentielles quoique ayant un point d'ébullition beaucoup plus élevé que l'eau, ont la propriété de se vaporiser avec la vapeur d'eau. Cette vaporisation n'est pas instantanée, mais exige toujours un certain temps car le plus souvent l'essence est emprisonnée dans les cellules végétales.

d'entraînement à la vapeur est la méthode la plus usitée (utilisée) pour l'extraction des huiles essentielles. Il permet non seulement d'isoler les essences naturelles à l'état pur, mais aussi de fournir de meilleurs rendements. La plupart des huiles essentielles lorsqu'on peut les distiller sous pression atmosphérique sans qu'elles subissent de décomposition commencent à bouillir au-dessus de 150°C sauf les essences renfermant des composés sulfurés et celles qui renferment des hydrocarbures de la série paraffinique et oléfinique et dont le point d'ébullition est élevé.

d'entraînement à la vapeur permet avec un matériel et une main-d'œuvre restreints de traiter de grandes quantités de matières premières.

2. des appareils distillatoires

a. Historique des appareils distillatoires

la distillation des essences et la construction des appareils distillatoires ont été bien perfectionnées à partir de l'époque où elles furent presque exclusivement pratiquées dans les laboratoires pharmaceutiques.

Jusqu'au commencement du 19^e siècle, c'est là que se préparaient les huiles essentielles médicales et industrielles en usage. Quelques-unes toutefois, les essences de lavande, de rose entre autres étaient préparées pour la parfumerie et la savonnerie, on y utilisait couramment de même que dans les laboratoires de pharmacie des alambics ambulants qui étaient composés essentiellement de cucurbites en cuivre, de châteaux en cuivre ou en étain et de serpentins.

A partir du 19^e siècle on s'efforça à simplifier la construction des appareils

distillatoires et à les améliorer, surtout en ce qui concerne la réfrigération - des appareils rudimentaires du début en passant dans les ateliers de la grosse industrie des essences furent transformés profondément, les proportions en furent augmentées de façon rationnelle et l'on apporta des modifications de nature à augmenter le rendement de la matière première et à améliorer la qualité du produit distillé -

b- Appareillage:

des appareils employés pour la distillation des essences revêtent de nombreuses variétés, et leurs dimensions dépendent de l'opération et le type de distillation qu'on utilise. Cependant tous les appareils distillatoires dérivent de l'alambic classique -

Au point de vue fonctionnement les appareils sont simples, c'est à dire que le travail de distillation est intermittent et entrecoupé par le rechargement lorsqu'une charge est épuisée, ou bien continu c'est à dire alimentés sans interruption au moyen d'une pompe et d'un réservoir -

Tous les appareils distillatoires sont constitués essentiellement d'un alambic, d'un condenseur et d'un essencier -

Mais avant de parler des équipements proprement-dits, nous allons faire tout d'abord un bref aperçu des générateurs de vapeur (Chaudières)

- Chaudières:

des dimensions des chaudières dépendent de la quantité de vapeur dont on a besoin pour extraire l'huile essentielle de la plante; mais cependant on ne peut généraliser ce fait à cause des dangers qu'impliquent les opérations de chaudières -

A côté des habituelles boîtes à feu qui consistent à chauffer de l'eau dans une boîte (sphérique, parallélépipédique etc..), le système de chaudière peut inclure des jauges pour déterminer le niveau d'eau, la pression, une valve de sécurité, une pompe ou injecteur pour la circulation d'eau et toute la tuyauterie nécessaire pour les opérations -

Il existe deux types de chaudières -

- Les prétendues chaudières basses pressions développant des pressions de 18

à 20 bars

- les chaudières hautes pressions développant des pressions approximativement égales à 45 bars ou même plus.

Dans les opérations actuelles les chaudières basses pressions produisent de faibles pressions mais avec de grands volumes de vapeur.

Extrait des tables de vapeur d'eau

T (°C)	P (N/cm ²)	chaleur sensible (Kcal/kg)	chaleur latente (Kcal/kg)	chaleur totale (Kcal/kg)	Volume de 1 kg de vapeur d'eau (m ³)	Volume de 1 kg d'eau (m ³)
0	0,06	0	595	595	206	0,001
50	1,2	50	568	568	22	0,00101
100	10,3	100	539	639	1,7	0,00104
150	49	151	505	656	0,4	0,00109
200	160	204	464	668	0,13	0,00116
250	400	260	410	670	0,05	0,00126
300	880	322	336	658	0,02	0,00142
350	1680	404	213	617	0,009	0,00179

- chaleur sensible : chaleur nécessaire pour élever la température de l'eau jusqu'à sa température d'ébullition.
- chaleur latente : chaleur qui transforme l'eau en vapeur sans modification de température.

d- Alambic

d'alambic communément appelé réservoir sert premièrement de porte-bagage, mais aussi de récipient d'eau dans le cas ou on utilise soit la distillation à l'eau, soit la distillation à l'eau et à la vapeur.

Dans leurs formes les plus simples, les alambics sont des réservoirs cylindriques appelés cucurbites surmontés d'un couvercle (châpiteau) lequel est prolongé par une conduite du mélange de vapeurs (eau/huile) appelée col de cygne. La cucurbite ne doit pas être trop haute, son diamètre inférieur ou égal à la hauteur peut être agrandi sans inconvénients.

Pour une simple distillation à l'eau cet équipement est suffisant puisque l'eau et la charge sont introduites ensemble dans l'alambic.

Dans le cas de la distillation à l'eau et à la vapeur un faux fond est inséré suffisamment loin du fond réel afin d'éviter un contact entre l'eau et la matière première.

dorsque la distillation à vapeur est utilisée, la vapeur est introduite à travers une conduite en forme de croix ou spirale (distributeur de vapeur) A l'intérieur du réservoir (cucurbite) sont attachés des anneaux supports (ergots) sur lesquels reposent les plateaux perforés de trous de $\frac{1}{8}$ pouce (3,175 mm) de nombre d'anneaux dépend des dimensions de l'alambic et ils sont situés à des intervalles (variables selon les appareils) - avec un près du châpiteau et un autre au fond. d'anneau support du sommet peut être une cornière pour former une surface de contact convenable pour le châpiteau.

la distance entre la conduite de vapeur et le fond de l'alambic doit être suffisamment grande afin d'éviter un contact entre la conduite et l'eau qui s'accumule au fond de l'alambic.

A l'extrémité inférieure de l'alambic est placée une purge permettant l'évacuation de l'eau accumulée au fond de l'appareil.

-Isolément de l'alambic:

Dans tous les cas le réservoir inclut le châpiteau peuvent être isolés pour conserver la chaleur. Si l'isolément est négligé une condensation excessive de vapeur à l'intérieur de l'alambic peut se produire et il en résulte une perte de

chaleur sur les surfaces. Ceci peut entraîner le mouillage de la charge, une consommation excessive de vapeur, une prolongation de la distillation et habituellement un rendement inférieur.

Pour de petits portables, alambics un isolement considérable peut être obtenu avec une enveloppe de bois maintenue autour du réservoir au moyen de fils métalliques.

Les meilleurs isolants sont l'amiante et la magnésie, mais on peut employer aussi la double paroi pour obtenir un meilleur isolement.

- Calcul des éléments d'un alambic

Dans les installations de production en quantité d'huiles essentielles, on connaît et l'on détermine par des mesures le rapport des poids et des volumes d'eau et de matière à distiller.

La chauffe avant l'ébullition prend un certain temps que l'on doit réduire autant que possible en ayant une canalisation de vapeur et une vanne appropriées.

Si l'on alimente l'alambic avec de l'eau chaude, la durée de la mise en marche sera raccourcie et l'utilisation de l'appareil meilleure.

Il est bon de calculer les canalisations pour une vitesse maximale de 20 m/s et de tenir les valeurs au-dessous des chiffres trouvés lors du calcul.

• Surface de chauffe

Elle est calculée par la mise en marche qui consomme plus de vapeur que la distillation. On fixe la durée de chauffe soit 15 à 20 minutes, le nombre de calories à fournir dans cet espace de temps est :

1°) la chaleur nécessaire pour chauffer M litres d'eau de θ à 100°C

2°) la chaleur absorbée par la matière à distiller pour élever sa température de θ à 100°C

c étant la chaleur spécifique de la matière à distiller on a la formule suivante :

$$(1) M = N(100 - \theta) + P.c(100 - \theta)$$

M = nombre de calories total nécessaire

N = nombre de litres d'eau.

P = poids de la matière à distiller

θ = température de l'eau d'alimentation.

La chaleur spécifique de la matière à distiller est d'autant plus élevée, qu'elle est chargée d'eau; elle varie entre 0,4 et 0,8.

Pour fournir la quantité M de calories dans le temps τ que l'on s'est fixé il faut une surface de chauffe S que l'on calcule de la façon suivante: Pour une heure on a:

$$(1) \quad M = K S (T - \theta)^{1,233} \quad (\text{formule de DULONG et PETIT})$$

K = quantité de chaleur transmise en une heure, pour un mètre carré et pour un degré de différence de température.

T = température de la vapeur

θ = température de l'eau à chauffer.

S = Surface de chauffe.

La valeur de K est de 371 pour l'eau non bouillante et 2.000 à 2500 pour l'eau en ébullition.

Ces chiffres sont variables avec le plus ou moins d'activité de la circulation d'eau et le fait qu'elle soit méthodique ou non.

Dans la pratique ces coefficients donnent des résultats satisfaisants un peu au-dessous de la réalité pour les appareils neufs.

Valeurs du coefficient K

	Sans-ébullition	Ebullition
Double-fond	200	370
Serpentin	1.200	2.000

A partir des formules (1) et (2), on déduit pour un temps τ

$$\frac{S}{\tau} = \frac{(N + P.C)(100 - \theta)}{K(T - \theta)^{1,233}}$$

On voit qu'à surfaces égales, l'action du serpentín est plus efficace que celle du double-fond dans le rapport de 1 à 6 environ.

β - Condenseur

Dans la fabrication des huiles essentielles, le condenseur, ou réfrigérant, a une certaine importance, il a la forme spirale ou celle d'un faisceau tubulaire. Le condenseur tubulaire se compose d'un cylindre dans lequel se trouve un système de tubes parallèles, les vapeurs venant de la cucurbitte par l'intermédiaire du col de cygne traversent ces tubes, tandis que le cylindre est constamment d'eau froide, ou bien encore l'eau coule par le système de tubes tandis que les vapeurs se rendent dans le cylindre et y sont condensées. La condensation des vapeurs dans le condenseur repose sur le principe suivant:

- pour liquéfier un solide ou pour vaporiser un corps liquide, il faut l'intervention de chaleur, cette chaleur est absorbée par le solide à liquéfier ou par le liquide à vaporiser.

- Si on veut liquéfier un corps qui est à l'état de vapeur ou solidifier un liquide, il faut enlever la chaleur absorbée, on y arrive par le refroidissement. Pour se condenser les vapeurs abandonnent donc à l'eau de réfrigération la chaleur qu'elles ont absorbée, l'eau s'emparant de cette chaleur finit par s'échauffer. Il faut donc la renouveler sans cesse.

Calcul d'un condenseur

Dans un condenseur tubulaire à circulation méthodique, la surface nécessaire est ainsi calculée.

Pour un kilogramme de vapeur à condenser et à refroidir à la température t , le nombre de calories absorbées est:

$$(3) \lambda = 606,5 + 0,305T - t$$

$T = 100^\circ\text{C}$ pour une distillation à pression atmosphérique.

On prend généralement $t = 20^\circ\text{C}$

Si Q désigne le poids de la vapeur à condenser à l'heure, en appliquant la formule de DULONG et PETIT (formule (2)) la surface du condenseur est alors

$$S = \frac{620 \times Q}{K(T - t)^{1,233}}$$

$$K = 370T - t$$

$$T = 100^\circ\text{C}$$

$t = 40^\circ\text{C}$ (température moyenne, de l'eau du condenseur)
la surface du condenseur sera donnée en dm^2 .

Quantité d'eau de refroidissement:

Avec une bonne circulation méthodique que l'on obtient dans un condenseur à tubes, l'eau de refroidissement peut être évacuée au voisinage de 50 à 60°C .
Si pour condenser un kilogramme de vapeur et amener à 20°C il faut abandonner 620 calories et si l'eau de refroidissement est admise à 20°C et évacuée à 80°C soit un écart de 60°C il faudrait 10 litres ($\approx 620/60$) d'eau.

8 - Essencier:

de vase destiné à recevoir le mélange essence/eau qui coule de l'extrémité inférieure du serpentin s'appelle vase florentin.

C'est un vase ordinairement en verre, il est muni d'un bec qui part de sa base et s'élève presque au niveau du col, par ce bec coule de manière continue l'eau, tandis que l'essence plus légère que l'eau occupe la partie supérieure du vase.

- 3 - d'entraînement à la vapeur d'eau

3-1 Théorie de la distillation

la distillation dont il s'agit ici n'est pas la distillation homogène, celle-ci ne serait pas employable pour l'extraction des huiles essentielles à cause de la température élevée qu'il faudrait atteindre et l'altération des produits qui en résulteraient.

Il s'agit uniquement de la distillation en présence d'eau, c'est à dire la distillation de deux liquides non miscibles.

de principe sur lequel est basée cette opération n'est au fond qu'une conséquence de la loi de DALTON sur le mélange de gaz et de vapeurs.

lorsque deux corps liquides non miscibles et n'exerçant aucune action l'un sur l'autre se trouvent mélangés, la tension de vapeur du mélange est la somme des tensions de vapeur de chacun des corps purs à la température considérée. Il en résulte deux choses:

- de mélange entrera en ébullition lorsque la somme des tensions de vapeur

sera égale à la pression qu'il supporte c'est à dire à une température qui sera nécessairement inférieure à la température d'ébullition du constituant le plus volatil

- Tant que les deux corps resteront en présence et quelles que soient leurs proportions, le point d'ébullition du mélange restera fixe et, comme chaque corps distille proportionnellement à sa propre tension de vapeur, la composition du distillat restera constant.

On peut dire de manière générale que par entraînement à la vapeur d'eau (distillation) on obtiendra avec une grande quantité d'eau, une faible quantité d'huile essentielle et celle-ci généralement plus légère, suragera et il suffira d'une simple decantation pour la recueillir.

22 Conditions de la distillation

La durée de la distillation varie suivant la nature de la matière première à distiller de deux heures (lavande, bois de rose) à quarante et même cinquante heures (Santal, iris etc.)

Dans le premier cas il y a intérêt à avoir des alambics à charge, à décharge et chauffe rapides.

Dans le deuxième cas on cherchera une économie du combustible en calorifugeant les appareils et en employant que la quantité de vapeur nécessaire à l'entraînement de l'huile essentielle.

de calcul indiquera la pression optimale à laquelle on aura intérêt à opérer (vide ou pression)

de calcul de la pression est basé sur le fait qu'une distillation de deux ou plusieurs liquides non solubles les uns dans les autres (distillation hétérogène) obéit aux lois suivantes:

- la pression du mélange de vapeurs est égale à la somme des tensions de vapeur des divers corps à la température de distillation.

Dans le cas de deux corps A et B pour une pression de distillation égale à P la température d'ébullition sera telle que la somme de tensions de vapeur des deux corps à cette température soit égale à P

Si P_A et P_B respectivement tensions de vapeur de A et B on a:

$$P_A + P_B = P$$

la température d'ébullition sera donc inférieure à celle ^{du corps} qui bout le plus bas. Dans le cas où l'un des corps est l'eau, la température du mélange s'effectuera au-dessous de 100°C pour une pression de 760 mmHg -

- de rapport des quantités des produits distillant est en même temps fonction des tensions de vapeur et des densités de vapeur à la température de distillation.

Soient : m_A et m_B poids de A et B

d_A et d_B densités de vapeur de A et B

$$\text{on a : } \frac{m_A}{m_B} = \frac{P_A}{P_B} \cdot \frac{d_A}{d_B}$$

En remplaçant les densités par les poids moléculaires de A et B qui leur sont proportionnels on a :

$$\frac{m_A}{m_B} = \frac{P_A}{P_B} \cdot \frac{M_B}{M_A}$$

M_A = poids moléculaire de A

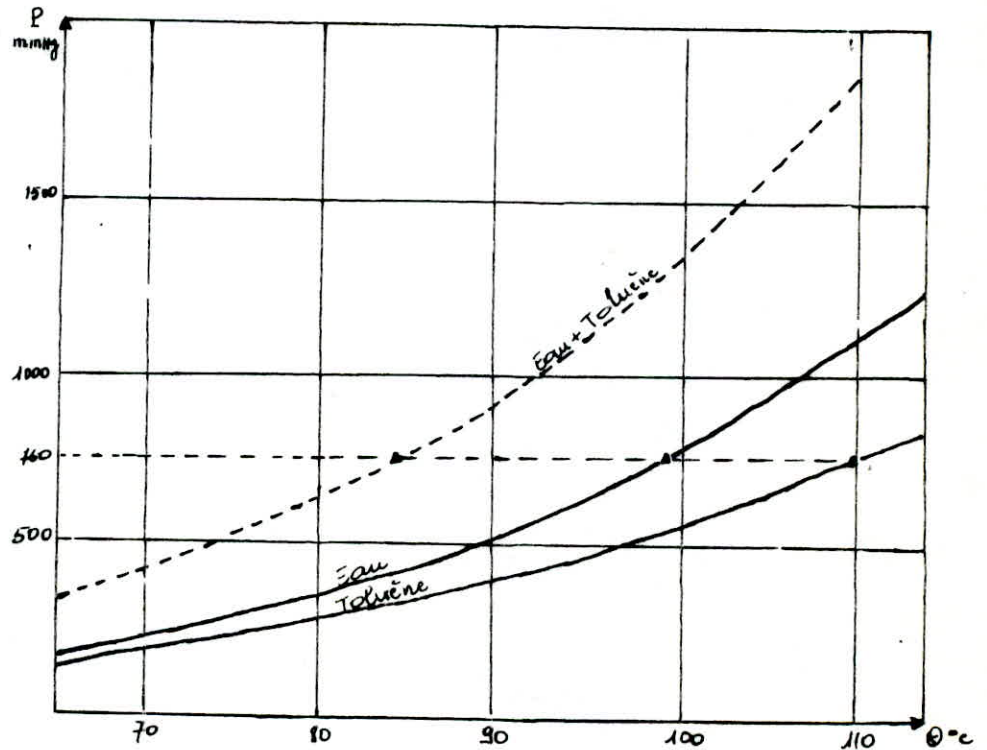
M_B = poids moléculaire de B

des tensions de vapeur d'eau sont données par les tables des formulaires, et n'en est pas de même pour celles des composés des huiles essentielles.

3-3 Règles à observer dans la distillation des huiles essentielles.

- choisir les plantes fraîches le plus possible, cueillies par temps sec et chaud et avant leur complet épanouissement; diviser les substances si elles sont sèches ou dures de manière à favoriser l'émulsion des huiles essentielles.
- Distiller rapidement tout en évitant les coups de feu.
- lorsque le degré d'ébullition des essences est supérieur à 200°C additionner de l'eau de sel marin jusqu'à saturation.
- Dans les rectifications des essences, dont le but est de les obtenir plus pures, ajouter également du sel marin.
- Faire toujours servir aux distillations répétées sur des substances de même nature, les eaux ayant déjà servi à de précédentes opérations et plus ou moins chargées par conséquent, des principes volatils aromatiques.

- Pour les essences fluides, rafraichir fréquemment le serpent, pour celles au contraire qui ont tendance à s'épaissir facilement, laisser l'eau de refroidissement se tiédir jusqu'à 30 ou 40°C surtout vers la fin de la distillation.
- Avant de décant, quand il en est besoin le contenu du vase florentin laisser repa, le liquide produit de manière à permettre aux molécules d'essence de se réunir soit au fond soit à la surface de l'eau suivant leur densité.



Courbe Tension de vapeur en fonction de la température
(Mélange Eau-Toluène)

3.5 Pratique de la distillation

a- Conservation de la matière première.

Parmi les matières premières et huiles essentielles, il y en a beaucoup qui ne peuvent pas être conservées et doivent par conséquent être mises en œuvre à l'état frais. Elles doivent être cueillies à un moment précis de la journée, généralement avant le lever du soleil et distillées immédiatement. Si on voulait les conserver en lars, elles ne tarderaient pas à entrer en fermentation et l'essence serait détruite toute ou en partie.

Il existe des plantes qui supportent parfaitement la dessiccation, mais elles fournissent toujours une essence meilleure qualité si on les distille à l'état frais.

La dessiccation peut avoir sa raison d'être, tant qu'elle entraîne une diminution de la teneur en eau, mais cet avantage ne paraît pas compenser la perte de la qualité qui en résulte.

Enfin un grand nombre de plantes peuvent être desséchées et conservées longtemps sans altération ce qui permet de les transporter au loin pour l'extraction des essences.

Comme on le voit, il n'y a pas de règle générale pour le mode de conservation des plantes à essences, il faut connaître le caractère de chacune et la traiter en conséquence.

b- Traitement de la matière première.

des matières premières à traiter proviennent de diverses parties de la plante. Certaines de ces matières (herbes, bois, écorces etc..) doivent subir une préparation appropriée à la nature de chacune d'elles permettant ainsi de mettre plus ou moins l'essence à découvert, de manière à pouvoir s'échapper sans obstacle.

Cependant le déchirement des cellules végétales n'est souvent que partiel et l'essence ne peut être forcée des tissus cellulaires qu'à la faveur de la chaleur. Rarement on fait subir un séchage, une fermentation ou une préparation mécanique aux matières premières. Celles-ci sont chargées dans l'alambic avec

ou sans eau. Dans le premier cas la proportion d'eau varie de 2 ou 3 fois le poids de la substance à traiter.

Méthodes générales de la distillation

La vapeur peut être introduite dans la partie inférieure de l'alambic par un barboteur qui la divise.

Pour donner à la vapeur d'eau plus de force de pénétration et abréger par suite la durée de la distillation, on la porte souvent à des températures élevées mais ce moyen doit être employé avec beaucoup de précautions car la plupart des parfums s'altèrent sous l'influence de la température.

d'ébullition produite dans l'alambic provoque un départ d'eau qui entraîne l'huile essentielle.

Dans certains cas on ne charge pas l'eau dans l'appareil. Celui-ci reçoit la vapeur directement de la chaudière par barbotage.

Le mélange de vapeurs eau/huile se rend au condenseur où il est condensé.

A la sortie du serpentin le mélange eau huile coule dans un séparateur parfois muni de glace où les deux liquides se séparent par leur densité.

On peut retirer périodiquement l'essence. Des eaux condensées entraînent une certaine proportion d'essence par solubilité ou mécaniquement.

On distingue trois (3) types de distillation

- la distillation à l'eau (water distillation)
- la distillation à la vapeur directe (steam distillation)
- la distillation à l'eau et à la vapeur (water and steam distillation)

α) Distillation à l'eau

Quant cette méthode est utilisée, la matière première est mise directement en contact avec l'eau. Certaines matières quelques temps après s'être immergées et se mouvant dans l'eau bouillante s'agglutinent en formant des morceaux compacts à travers lesquels la vapeur ne peut pas pénétrer.

- Distillation à l'eau à haute pression:

Il n'est pas judicieux de faire de cette méthode une pratique générale pour l'obtention des huiles essentielles car l'élevation de la température

entraînerait une augmentation de la décomposition des produits ce qui affecterait l'huile essentielle d'une odeur désagréable.

- Distillation à l'eau à pression réduite:

Le type de distillation est utilisé pour empêcher la décomposition de l'huile, son emploi permet de conserver intact les esters hydrolysés.

La distillation à l'eau à pression réduite a cependant certains inconvénients.

Une augmentation de la vitesse de distillation affecte la pureté du distillat car de petites particules de la plante y sont portées mécaniquement.

Le grand avantage de la distillation à l'eau à pression réduite est la basse température d'opération ce qui réduit la décomposition de l'huile.

2) Distillation à l'eau et à la vapeur.

Quand cette méthode est utilisée, la matière première est supportée par une grille (ou plateau) insérée à une certaine distance du fond de l'alambic. La partie inférieure de l'alambic est remplie d'eau jusqu'à un certain niveau au-dessous de la grille. Les traits caractéristiques de cette méthode sont :

- la vapeur est toujours saturée
- la plante est en contact direct avec la vapeur mais pas avec l'eau.

3) Distillation à la vapeur:

Cette méthode ressemble à la précédente sauf qu'il n'existe pas d'eau gardée au fond de l'alambic.

La vapeur (saturée ou surchauffée) est généralement à pression plus élevée que la pression atmosphérique.

- Distillation à la vapeur à haute pression

Certaines plantes sont occasionnellement distillées à pression plus élevée que la pression atmosphérique, cela permet de raccourcir la durée de distillation et d'obtenir une quantité élevée d'huile.

Pendant la décomposition de la plante et l'altération de certains composants de l'huile à ceux de la température élevée qu'il faudrait atteindre excluent

l'emploi généralisé de cette méthode-

d'emploi de hautes pressions pour la distillation des plantes et essences n'est pas judicieux ni nécessaire car pour le même but la vapeur surchauffée donne de bons résultats.

Bien que la pratique de la distillation à la vapeur à haute pression ne soit pas généralisée à cause de la température élevée entraînant la décomposition de certains constituants délicats des huiles essentielles, elle est cependant avantageuse dans certains cas.

- Distillation à la vapeur à pression réduite

Cette méthode peut être subdivisée en deux types

1° distillation à pression légèrement réduite

2° distillation à pression réduite

Si la distillation à pression très réduite est utilisée pour l'extraction des huiles essentielles, il est préférable d'employer un condenseur à serpentin plutôt que tubulaire car le premier peut être mieux resserré - la surface de condensation peut être 5 fois plus grande que lorsqu'on distille à pression atmosphérique.

Cette augmentation est nécessaire pour certaines raisons: - le volume pour une quantité donnée (poids) de vapeur est beaucoup plus grande à pression réduite qu'à pression atmosphérique - la température différentielle de la vapeur et de l'eau de refroidissement est beaucoup plus inférieure qu'à pression atmosphérique de taux de condensation diminuée en conséquence -

- Distillation à la vapeur surchauffée

Relativement à leur poids, la vapeur surchauffée vaporise et entraîne mieux les substances volatiles que la vapeur saturée.

Du point de vue théorique, il n'existe pas de différences fondamentales entre ces trois méthodes. Cependant il existe certaines variations dans la pratique, qui dans certains cas peuvent être considérables et ceci à cause de certaines réactions qui se produisent au cours de la distillation.

- Avantages et inconvénients de la distillation à haute pression et vapeur surchauffée.

lorsqu'on utilise de hautes pressions (vapeurs surchauffées) dans la distillation des essences (cas de la distillation à vapeur directe mais non la distillation à l'eau ou la distillation à l'eau et à la vapeur), la condensation de l'eau dans la charge peut être réduite sinon même complètement empêchée à l'exception dans certaines parties.

l'utilisation de hautes pressions avec températures élevées augmente la pression partielle de l'huile et son rendement dans le condensat.

Dans la distillation à haute pression il est nécessaire de tirer de temps à autre l'eau condensée à l'intérieur de l'alambic car cette eau risquerait de transformer la vapeur surchauffée en vapeur saturée et il en résulterait une distillation à l'eau et à la vapeur.

l'eau condensée à l'intérieur de l'alambic contient toujours des substances qui ont tendance à subir une décomposition, certaines de ces substances sont volatiles et ont une odeur désagréable, qui risquerait de contaminer l'huile essentielle.

Il est à noter que non seulement l'huile essentielle, mais également les plantes sont très sensibles à la chaleur et se décomposent; cela prend effet à la température de 100°C mais l'effet est très prononcé pour une distillation à pression élevée.

la haute pression et la température élevée augmentent aussi la résinification et la formation de composés insolubles.

des huiles essentielles obtenues par distillation à haute pression sont moins solubles dans les alcools dilués

En conclusion l'utilisation de hautes températures dans la distillation des plantes à essence n'est pas généralement recommandée.

α- Effets accompagnant la distillation des plantes à essence.

des principaux effets accompagnant la distillation des plantes à essence sont :

- la diffusion de l'huile et de l'eau (d'où le terme hydrodiffusion)
- l'hydrolyse de certains constituants de l'huile essentielle
- la décomposition de certains constituants de l'huile essentielle occasionnée par la chaleur.

α- Hydrodiffusion :

Même après que la plante ait été soigneusement préparée par grenaillement, seule une partie de l'huile est présente à la surface de la plante et se trouve immédiatement disponible pour la vaporisation. Le reste de l'huile arrive à la surface seulement après diffusion qui implique une pénétration mutuelle des différentes substances jusqu'à ce qu'un équilibre soit établi dans le système.

Dans la distillation à la vapeur d'eau, la pénétration de la vapeur dans les cellules végétales n'est pas réelle et cela peut être aisément prouvé en effectuant cette distillation à la vapeur surchauffée.

La distillation offre une meilleure condition pour le phénomène d'amoscar car la température élevée et le mouvement de l'eau engendrent des fluctuations à l'intérieur de l'alambic accélérant ainsi la force de diffusion à tel point que toute l'huile essentielle contenue dans les tissus de la plante peut être collectée.

β- Effet d'hydrolyse :

de second effet accompagnant la distillation des plantes à essence est l'hydrolyse qui est une réaction chimique entre l'eau et certains constituants des huiles essentielles.

En présence d'eau et particulièrement à température élevée, les esters réagissent avec l'eau. Deux constantes caractéristiques sont importantes dans la détermination de l'effet de ces réactions durant la distillation.

En partant d'ester et d'eau, une partie de l'ester réagit et à l'équilibre le système contient : ester, eau, alcool et acide.

De même, si les alcools et les acides ont été présents au départ on peut retrouver les quatre constituants quand l'équilibre est établi.



de rapport entre les concentrations de ces divers constituants à l'équilibre peut s'écrire :

$$K = \frac{[\text{Alcool}] \cdot [\text{Acide}]}{[\text{Ester}] [\text{Eau}]}$$

K est constant à n'importe quelle température

[] = concentration

Si la quantité d'eau est grande, les concentrations d'alcool et d'acide augmentent et l'hydrolyse correspondante augmente.

8- Effet de chaleur :

de troisième effet important accompagnant la distillation des plantes à huile est la température. Pratiquement tous les constituants des huiles essentielles sont instables à température élevée. Pour obtenir une meilleure qualité d'huile, il est nécessaire de s'assurer cela pendant la distillation en maintenant l'huile à une température basse.

Quoique ces trois processus (hydrodiffusion, hydrolyse et décomposition thermique) aient été considérés indépendamment, tous trois se produisent simultanément dans la pratique d'où ils influent fréquemment l'un sur l'autre.

e. Problèmes rencontrés au cours de la distillation des plantes à essence
de ramassage du matériel végétal pose très souvent le problème de contamination par d'autres espèces végétales, surtout s'il s'agit des plantes à croissance rapide ou des végétaux qui poussent dans des lieux où se trouvent de nombreuses autres espèces végétales.

Le matériel végétal qui va subir la distillation n'est pas toujours traité immédiatement. Des modifications morphologiques et chimiques dues à l'action de l'air, du soleil, de l'échauffement en tas peuvent se produire et se révéler fâcheuses pour la qualité de l'huile essentielle.

Au cours de la distillation des plantes à essence des phénomènes physiques et chimiques se produisent, modifiant sensiblement le contenu végétal et par conséquent l'huile essentielle qui en est libérée.

Bien que la distillation soit la méthode la plus utilisée pour l'obtention des huiles essentielles, elle présente cependant de nombreux problèmes (consommation de vapeur, taux de distillation, influence de la méthode etc.)

- Consommation de vapeur -

La consommation de vapeur au cours de la distillation des plantes à essence est due à plusieurs facteurs

- 1) Plusieurs plantes à essence contiennent une quantité insuffisante d'huile qui est rapidement saturée par la grande quantité de vapeur soufflant.
- 2) Au cours de la distillation la teneur d'huile dans la plante diminue graduellement et l'évaporation de l'huile n'est pas stoppée brusquement, cela entraîne une prolongation de la distillation et par conséquent une augmentation de la consommation de vapeur.
- 3) Quelque temps après, retenue dans les plantes, l'huile peut être sujette aussi de forces d'adhésion.
- 4) L'huile essentielle est enfermée dans les cellules végétales ce qui ne permet pas le contact direct entre la vapeur et cette huile; il en résulte une augmentation de consommation de vapeur.

- 59) lorsqu'on distille des substances de très haut point d'ébullition ou des substances pratiquement non volatiles-
- 60) la consommation de vapeur est influencée d'avantage par la teneur en eau de la plante à distiller-

- Taux de distillation

Le taux de distillation est le rapport entre la quantité d'eau condensée et le temps. Il doit être réglé selon le diamètre de l'appareil-

si la vitesse de montée de la vapeur est trop basse, celle-ci stagnerait dans les portions assez épaisses de la charge et l'épuisement complet serait impossible. si d'autre part la vitesse est trop grande, la vapeur peut être forcée à travers la charge, il se forme des canaux de vapeur et même entraînant de petites particules de plante dans le condenseur-

- Influence de la méthode de distillation sur la qualité de l'huile:

La qualité, aussi bien que les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles sont grandement influencées par la condition de la plante, et par la voie de distillation. Le traitement de la matière première, sa conservation, la pression appliquée, la quantité de vapeur sont autres facteurs influent beaucoup sur la qualité de l'huile essentielle.

- Autres difficultés rencontrées au cours de la distillation des plantes à essence:

des huiles essentielles sont constituées de composés volatils qui sont plus ou moins sensibles à la température. En plus la résinification de certaines huiles essentielles est une autre difficulté de la distillation des plantes à essence-

f- Conclusion sur l'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles.
de distillation quoique constituant un excellent moyen d'obtention des huiles essentielles présente encore des problèmes à résoudre.

En outre les températures élevées à la distillation produisent souvent le même effet que les coups de feu; l'essence contacte alors un goût de chaudière qui la déprécie. Si les plantes sont en contact immédiat avec les parois chauffées de l'alambic, elles brûlent et subissent une sorte de distillation sèche. Les essences obtenues par distillation sont loin de posséder intégralement le parfum des plantes ou parties de plantes soumises à la distillation.

Le phénomène résulte du fait que:

1° les esters contenus dans un grand nombre d'huiles essentielles sont partiellement saponifiés par la vapeur d'eau au cours de la distillation

2° certains composants très importants pour le parfum des essences passent dans l'eau de distillation et ne peuvent en être extraits complètement, de plus ils sont partiellement décomposés.

3° enfin il se produit au cours de la distillation des produits de décomposition volatils de mauvaise odeur qui déprécient les parfums.

C'est pour éviter ces différents inconvénients que les parfumeurs ont appliqué pour certaines essences d'autres procédés d'extraction.

VI. Autres procédés d'obtention des huiles essentielles.

1. Enfleurage.

Cette méthode appelée aussi extraction par les graisses (ou macération à froid) est appliquée plus particulièrement aux fleurs.

Il est opéré en mettant les fleurs en contact des graisses qui ont beaucoup d'affinité pour leur parfum.

Le procédé est long, coûteux mais laisse toute la finesse de l'arôme.

2. Expression :

Cette méthode primitive ne peut être utilisée que lorsque la matière première est riche en essence. Elle consiste à soumettre la matière à une forte pression de façon à sortir l'essence des glandes qui la sécrètent ou des cellules qui la contiennent.

d'expression donne des huiles essentielles qui gardent toutes les caractéristiques aromatiques de la matière première, et sont plus stables que celles issues de la distillation, lesquelles sont particulièrement oxydables au contact de l'air. Les rendements en essence obtenue par expression sont très variables.

3. Extraction par solvant volatil

Elle est appliquée à l'extraction des parfums qui supportent mal la distillation. Le principe de cette méthode est très simple : les matières premières odorantes sont épuisées par un solvant à température ordinaire, dans des extracteurs hermétiquement clos.

Après séparation de la matière, le solvant chargé d'huile essentielle est évaporé et laisse comme résidu de concentration des cires parfumées.

Après distillation du solvant généralement éther de pétrole ou benzène on obtient une masse appelée concrète. Celle-ci est traitée par l'alcool qui dissout l'huile essentielle et laisse des cires insolubles pour donner une absolue.

La distillation de l'alcool permet la récupération de l'huile essentielle.

d'extraction par solvant appliquée à une matière végétale convenablement préservée altère moins que la distillation.

Leependant l'installation d'une usine d'extraction des parfums par solvant suppose

la résolution des problèmes suivants :

- le choix du solvant
- l'épuisement méthodique de la matière première
- l'évaporation du solvant et l'extraction de l'essence de la cire parfumée.
- la récupération du solvant.

Il existe plusieurs solvants mais le choix du solvant est en réalité limité et on peut dire actuellement que l'éther de pétrole est à peu près le seul employé, l'éther ordinaire donne lui aussi d'excellents résultats mais son prix ^{est} élevé et son point d'ébullition (36°C) est trop bas pour que la récupération soit facile à réaliser; le sulfure de carbone donne toujours à l'extrait une odeur désagréable. Quant au chloroforme et au tétrachlorure de carbone qui ont sur tous les solvants précédents l'avantage d'être incombustibles, ils ne peuvent pas être employés unilatéralement, d'abord à cause de leur prix élevé et ensuite parce que leur pouvoir de dissolution est nettement inférieur que celui de l'éther de pétrole.

PARTIE RÉALISATION

1- Introduction

Notre travail qui consistait à une simple extraction de l'huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas par entraînement à la vapeur d'eau à une échelle supérieure qu'au laboratoire s'est montré presque impossible du fait de la non disponibilité d'équipement permettant d'entreprendre, directement cette opération d'extraction. C'est pour quoi nous nous fixés comme premier objectif la réalisation d'un équipement distillatoire (alambic, condenseur).

2- l'Équipement

a- Alambic

Il comprend deux parties essentielles

- une partie, cylindrique appelée cucurbit ou porte bagage (fig 2)
- une partie conique appelée chapeau qui se prolonge à sa partie supérieure par une conduite du mélange de vapeurs (eau-huile) et que l'on appelle col de cygne (fig 3)

La cucurbit est constituée d'un premier cylindre (ϕ 476/478) lequel est placé dans un second cylindre (ϕ 498/500) qui sert de double-paroi. Les deux cylindres se terminent à leur base par des fonds sphériques, lesquels se prolongent par des purges permettant l'évacuation, de temps à autre des eaux condensées à l'intérieur de l'alambic.

Sur les parois internes du cylindre intérieur sont soudés de sortes d'ergots appelés anneaux supports qui servent de supports, à des plateaux porte-bagage lesquels sont des disques circulaires perforés de trous de 3 mm, chacun (distance entre deux trous consécutifs est approximativement égale à 10 mm) (fig 4). A l'intérieur du petit cylindre est placé un distributeur de vapeur (fig 5) ayant la forme spirale qui permet une distribution uniforme de la vapeur à l'intérieur de l'alambic. Le distributeur de vapeur est placé à une distance relativement grande (180 mm) du fond enfin d'éviter son contact avec l'eau (lorsqu'on utilise la distillation à l'eau et à la vapeur) et à une distance de 80 mm du premier plateau.

Entre les deux cylindres est situé un second distributeur de vapeur qui permet de chauffer la paroi externe du cylindre intérieur, évitant ainsi la condensation à l'intérieur de l'alambic ou encore de chauffer l'eau contenue dans l'alambic lorsqu'on utilise la distillation à l'eau ou la distillation à l'eau et à la vapeur.

La cucurbita est également munie d'un indicateur de niveau qui permet le contrôle de la quantité d'eau contenue dans l'appareil.

b. Condenseur

C'est un cylindre en cuivre dans lequel pénètre par le sommet un serpentín également fait de tube en cuivre.

Le cylindre comporte à sa partie supérieure une sortie d'eau de refroidissement et à sa partie inférieure une entrée d'eau de refroidissement et une sortie du distillat (huile/eau).

- Calcul du nombre de spires et de la longueur du tube nécessaire pour le serpentín.

Hypothèses de base

x - Hauteur du cylindre $H_1 = 470 \text{ mm}$

x - Diamètre du cylindre : $D_1 = 310 \text{ mm}$

x - Diamètre du tube de cuivre employé pour le serpentín $D_2 = 16 \text{ mm}$

x - Diamètre d'une spire $D_3 = 210 \text{ mm}$

x - Distance entre deux spires consécutives $H_2 = 16 \text{ mm}$

Cette distance est prise égale au diamètre du tube de cuivre par analogie au réacteur avec serpentín de refroidissement.

x - Distance entre le sommet du condenseur et la 1^{ère} spire $H_3 = 20 \text{ mm}$

x - Distance entre la base du condenseur et la dernière spire $H_4 = 20 \text{ mm}$

Calculs :

x - Hauteur totale des spires

$$H_{\text{sp}} = H_1 - H_3 - H_4 = 470 - 20 - 20 = 430 \text{ mm}$$

x - Pas (distance entre les axes de deux spires consécutives)

$$P_{\text{sp}} = D_2 + H_2 = 16 + 16 = 32 \text{ mm}$$

x- Nombre de spires

$$N_{sp} = \frac{H_{TAP}}{P_s} = \frac{430}{32} = 13$$

x- Longueur du tube nécessaire

$$L = \pi \cdot D_3 \cdot N_{sp} = \pi \times 210 \times 13 \approx 9m$$

On prendra 10 mètres -

3- Fonctionnement de l'appareil

Avant de parler du fonctionnement de l'appareil, nous allons faire une présentation de la source de vapeur (chaudière).

La chaudière dont nous disposons a été réalisée par M. ISSANI (Projet de fin d'études Promotion Janvier 1981).

C'est un bac parallélépipédique (70x60x50) cm comportant une entrée d'eau, une sortie d'eau et une sortie de vapeur d'eau. Le bac est muni d'un thermomètre permettant le contrôle de la température, de même la pression de la vapeur d'eau, et d'un indicateur de niveau d'eau.

La chaudière comprend également un dispositif de chauffage (24 résistances chauffantes et plongeantes de 2kw chacune)

La tension d'alimentation est de 220volts

- Fonctionnement

La vapeur produite par la chaudière est canalisée par une conduite vers l'écambic. A l'entrée de l'écambic, la vapeur est divisée en deux, une partie dans le cylindre intérieur par l'intermédiaire du premier distributeur, tandis que la seconde partie pénètre dans la double-paroi par l'intermédiaire du second distributeur de vapeur ce qui permet d'éviter une condensation à l'intérieur de l'écambic.

La vapeur d'eau en contact avec le charge entraîne dans son mouvement les vapeurs d'huile. Ce mélange de vapeurs est canalisé par le col de cygne vers le condenseur où il est condensé et recueilli dans un essencier.



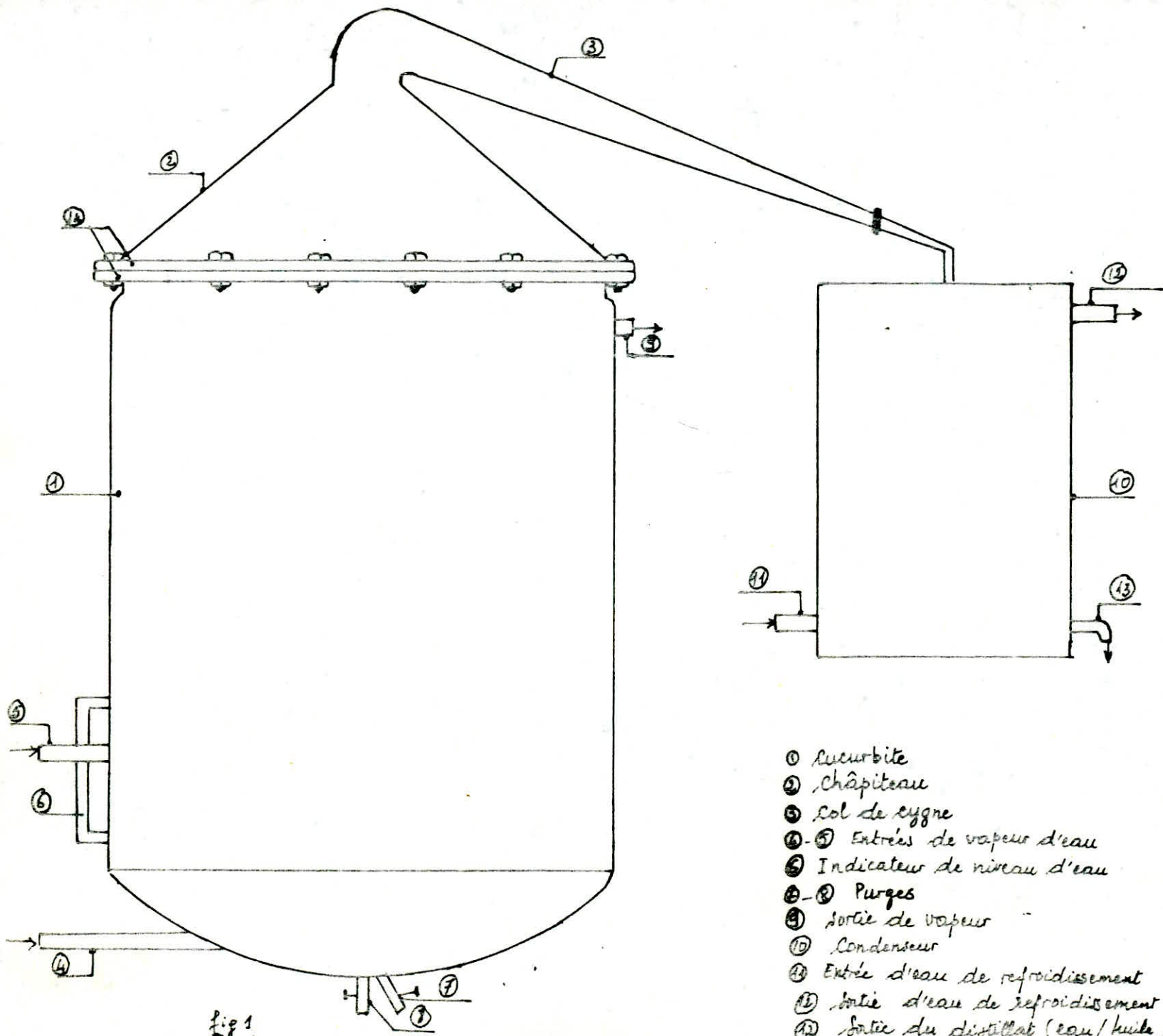


fig 1.

- ① Cucurbite
- ② Châpiteau
- ③ Sol de cygne
- ④-⑤ Entrées de vapeur d'eau
- ⑥ Indicateur de niveau d'eau
- ⑦-⑧ Purges
- ⑨ sortie de vapeur
- ⑩ Condenseur
- ⑪ Entrée d'eau de refroidissement
- ⑫ sortie d'eau de refroidissement
- ⑬ sortie du distillat (eau/huile)

⑭ brides

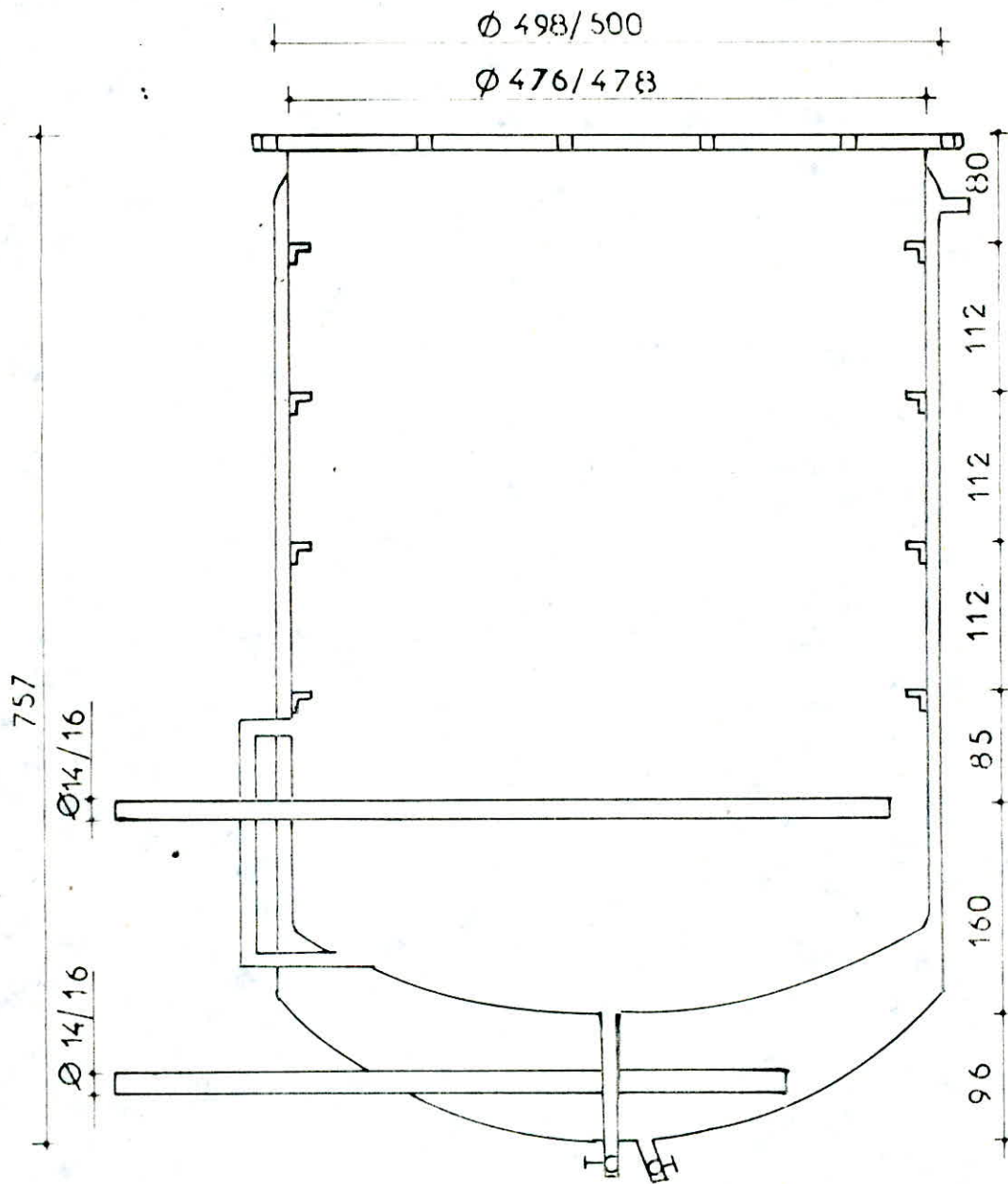


fig 2 COUPE LONGITUDINALE DE LA CUCURBITE (Porte bagage)

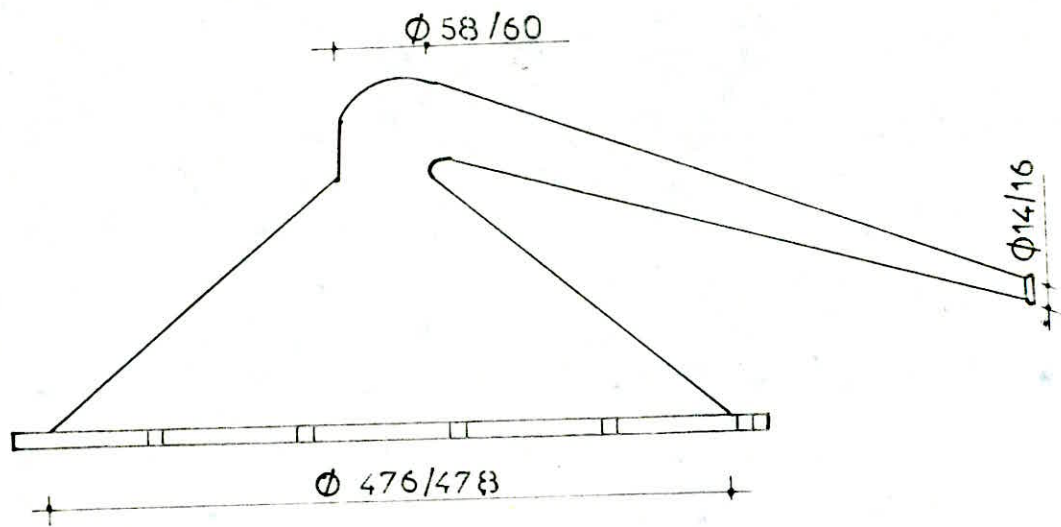
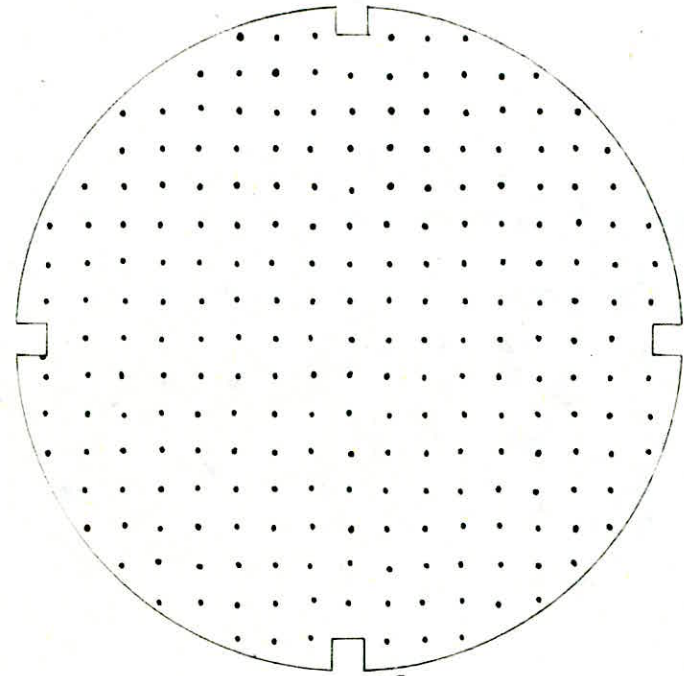


fig 3 COUPE LONGITUDINALE DU CHAPEAU

- 52 -



15

Ø 470

fig 4 VUE DE DESSUS D'UN PLATEAU

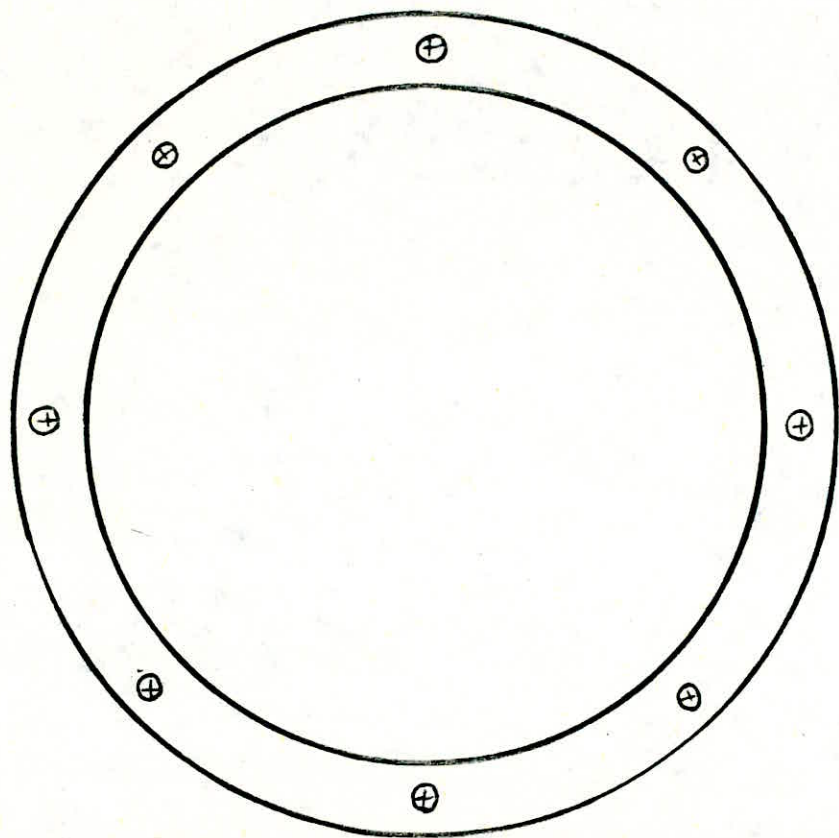
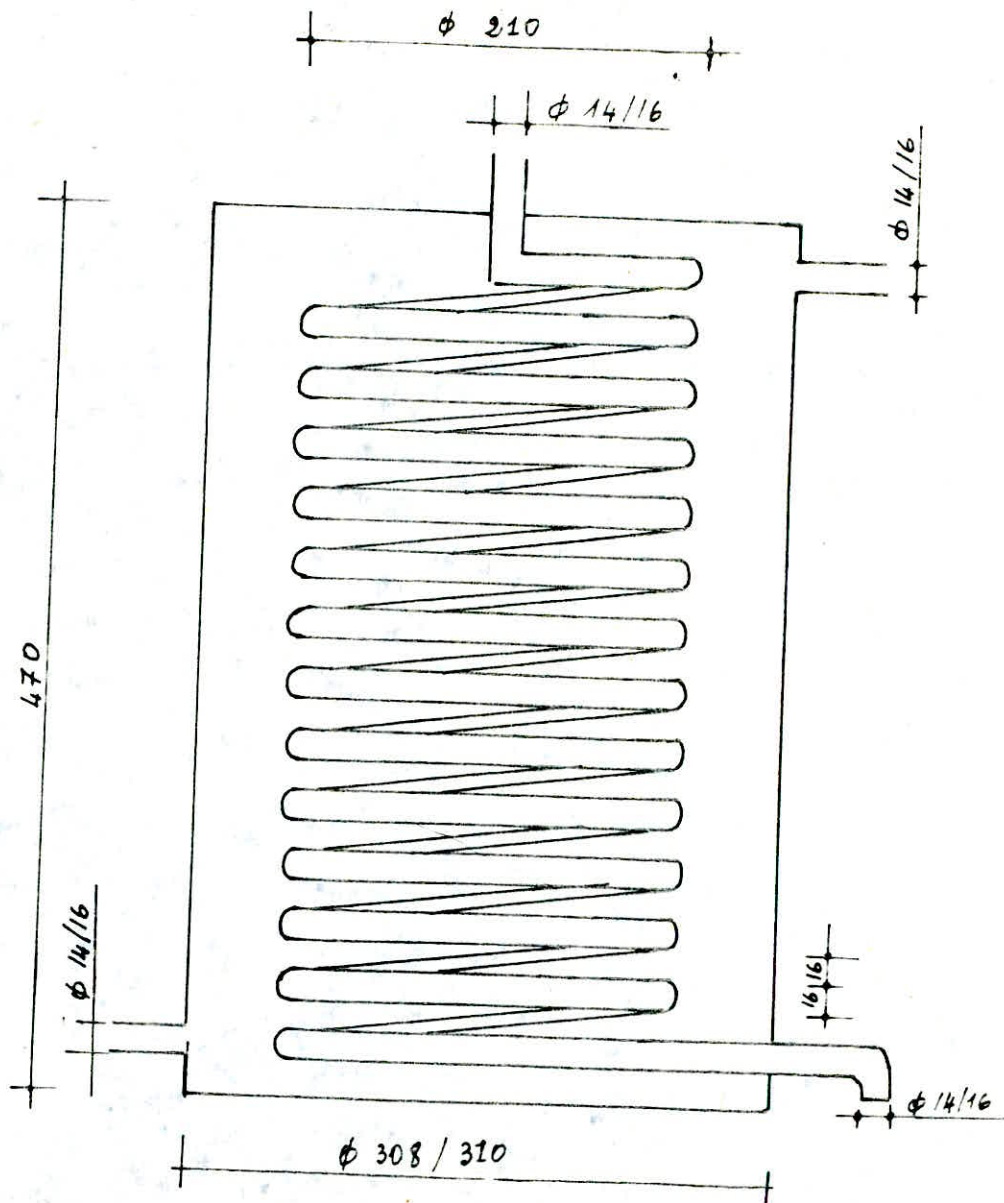


fig 6 VUE DE DESSUS D'UNE BRIDE

- 53 -

- 54 -



fig# Condenseur

PARTIE EXPÉRIMENTALE

1. Préparation de la matière première

La matière première (bois de cèdre de l'Atlas) est finement divisée, cela ayant pour but de mettre presque à nu l'huile contenue dans les cellules végétales et d'agrandir le contact entre la vapeur et la matière première.

2. Mode opératoire

- Peser la matière dont on veut extraire l'huile et la placer sur les plateaux dans l'édambic (éviter le tassement de la matière)
- Fermer hermétiquement l'appareil afin d'éviter une éventuelle fuite de vapeur
- Remplir d'eau la chaudière jusqu'à un certain niveau (le niveau est contrôlé par un indicateur de niveau)
- Mettre le système de chauffage de la chaudière en marche (résistances) - On pourra changer à volonté la puissance de chauffe en franchant, soit 1, 2, 3 ou toutes les résistances.
- Placer un récipient de recette à la sortie du serpentin - On pourra faire varier à volonté la quantité de vapeur envoyée à l'intérieur de l'édambic ce qui fait varier du coup le taux de distillation (rapport entre temps de distillation et quantité d'eau dans le distillat)
- Ne pas oublier d'ouvrir le robinet d'eau de refroidissement.
- Recueillir le distillat (mélange eau/huile) et à l'aide d'ampoules à décanter séparer l'huile de l'eau (l'huile purnage)
- Pour une éventuelle récupération de l'huile contenue dans l'eau après décanter on pourra utiliser un solvant pour cela (exple. dichlorométhane)

Remarque: Nous avons travaillé avec une puissance de chauffe constante et ceci est cause des problèmes que nous avons rencontrés pour le chauffage.

- Methodes de calcul

* Densité de l'huile : d^{15}

$$d^{15} = \frac{\text{Poids de l'huile}}{\text{Volume d'huile}}$$

* Taux de distillation T_d :

$$T_d = \frac{\text{Volume d'eau}}{\text{Temps de distillation}}$$

* Rendement: R

$$1/R = \frac{\text{Poids de charge}}{\text{Poids d'huile}} \Rightarrow R = \frac{\text{Poids huile}}{\text{Poids charge}}$$

* Volume d'eau contenue, dans le distillat : V_e

$$V_e = V_d - V_h$$

V_d = Volume du distillat

V_h = Volume d'huile

Resultats

A:) Matière grossièrement divisée (d_{d1})

- Pression $P = 1$ atmosphère
- Nombre de plateaux utilisés ($N_p = 4$)
- Durée de la distillation : $\tau_d = 4$ heures
- Volume de distillat recueilli $V_d = 3500$ ml

TABLEAU N° 1

	P_h (g)	V_h (ml)	P_h (g)	V_e (ml)	T_d (ml/s)	R %
Essai 1	1000	5,2	4,95	3494	0,243	0,445
Essai 2	2000	9,5	8,87	3491,13	0,242	0,443
Essai 3	3000	12,8	12,28	3487,7	0,242	0,409

$$R_{\text{moy}} = 0,449\%$$

TABLEAU N° 2

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
d^{15}	0,952	0,949	0,959
η_{Δ}^{20}	1,511	1,515	1,516

$$d_{\text{moy}}^{15} = 0,953$$

$$\eta_{\text{moy}}^{20} = 1,514$$

B) Matière finement divisée (d_{d2})

$$P = 1 \text{ bar}$$

$$N_p = 4$$

$$t_d = 4 \text{ heures}$$

$$V_d = 3500 \text{ ml}$$

TABLEAU N° 3

	P_h (g)	V_h (ml)	P_r (g)	V_e (ml)	T_d (ml/s)	$R\%$
Essai 1	1000	6,4	6,18	3493,6	0,24	0,518
Essai 2	2000	9,8	9,36	3490,64	0,24	0,45
Essai 3	3000	13,2	12,7	3487,3	0,24	0,423

$$R_{\text{moy}} = 0,495$$

TABLEAU N° 4

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
d_{15}	0,958	0,955	0,962
d_{20}	1,517	1,509	1,515

$$d_{15 \text{ moy}} = 0,958$$

$$d_{20 \text{ moy}} = 1,514$$

c) Matière très finement divisée (dds)

$$P = 1 \text{ bar}$$

$$N_p = 4$$

$$\dot{t}_d = 4 \text{ heures}$$

$$V_d = 3500$$

TABLEAU N° 5

	P_h (g)	V_h (ml)	P_h (g)	V_e (ml)	T_d (ml/s)	R %
Essai 1	1.000	7,45	8,18	3491,45	0,24	0,71
Essai 2	2.000	10,45	9,93	3486,5	0,24	0,496
Essai 3	3.000	14,15	13,54	2484,2	0,24	0,451

$$R_{\text{moy}} = 0,55 \%$$

TABLEAU N° 6

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
d^{15}	0,957	0,980	0,957
γ^{20}	1,516	1,519	1,519

$$d_{\text{moy}}^{15} = 0,958$$

$$\gamma_{\text{moy}}^{20} = 1,518$$

D- Matière très finement divisée (d_{15})

$P = 1 \text{ bar}$

$N_p = 2$

$T_d = 4 \text{ heures}$

$V_d = 3500 \text{ ml}$

TABLEAU N° 7

	Pch (g)	V_h	P_R	V_e (ml)	T_d (ml/s)	R%
Essai 1	1000	6,2	5,878	3493,8	0,242	0,588
Essai 2	2000	10,2	9,70	3489,8	0,242	0,485
Essai 3	3000	13,10	12,458	3487,5	0,242	0,415

$R_{\text{moy}} = 0,496$

Tableau N° 8

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
d_{15}	0,948	0,951	0,951
γ_{20}	1,510	1,513	1,513

$d_{15 \text{ moy}} = 0,950$

$\gamma_{20 \text{ moy}} = 1,512$

Interpretation

S'il nous est difficile de faire une interpretation rigoureuse des resultats obtenus et ceci à cause de l'insuffisance de valeurs du au temps, nous pouvons cependant faire quelques constatations.

En premiere observation nous pouvons dire que les propriétés physiques moyennes (densité moyenne prise à 15°C et indice de réfraction moyenne mesurée à 20°C) se situent dans les limites acceptables fixées par la théorie. Ces limites étant de 0,950 à 0,968 et 1,512 à 1,517 pour l'huile essentielle du cèdre de l'Atlas.

Une deuxième constatation nous amène à dire que le rendement en huile est fonction du traitement de la matière première (degré de division). Plus la matière est finement divisée plus le rendement en huile augmente, mais on ne pourrait dire l'effet sur le rendement lorsque le degré de traitement (division) de la matière est très élevé.

D'autre part en effectuant deux essais différents avec une matière de même degré de traitement mais avec un nombre de plateaux différents (2 et 4) nous constatons une légère différence entre les rendements. Ceci laisse à penser que pour une même matière de même degré de traitement, pour une même charge, le nombre de plateaux peut avoir une influence sur le rendement en huile.

Nous pensons aussi que la faiblesse du rendement est aussi due au fait que le bois ne serait pas le lieu favori pour l'accumulation de l'huile essentielle mais plutôt l'écorce - pour le cèdre de l'Atlas.

Bien qu'ayant fait quelques constatations natives nous pensons qu'il serait difficile de généraliser ces faits et seule étude plus profonde permettra de tirer des conclusions précises.

Conclusion Générale

Bien que nous n'ayons pas pu mener cette opération d'extraction à bout c'est à dire étudier l'influence des différents paramètres tels que (la pression, le taux de distillation, la puissance de chauffe etc...) sur le rendement en huile aussi bien que la qualité de l'huile, nous pouvons cependant dire que ce travail peut être le point de départ pour une véritable opération d'extraction d'huile essentielle.

Nous estimons aussi qu'on pourrait apporter certaines modifications à l'appareil ou en insérant certains organes permettant le contrôle de certains paramètres (température, pression) et le recyclage des vapeurs évacués à l'air libre.

En bref nous dirons qu'il reste à parfaire cet appareil réalisé pour mener à bien une future opération d'extraction d'huile essentielle.

~ Bibliographie ~

1. HOLDE (D)
Huiles et graisses minérales, végétales et animales. leurs dérivés, leurs succédanés
Paris et Liège, Lib-Polyt - CH-Beranger 1929 23,5 cm, 962 P
2. HOFFMANN (F)
des huiles essentielles tome I
Paris, J.B. Baillière et fils, 1912 - 23 cm ill
3. HOFFMANN (F)
des huiles essentielles tome II
Paris, J.B. Baillière et fils 1914, 23cm 768P ill
4. HOFFMANN (F)
des huiles essentielles, 2^e édition tome III
Paris, Schilmmel et Cie 1919 - 22,5 cm 770P
5. JEANCARD (Paul)
des parfums - chimie et industrie
Paris, J.B. Baillière et fils 1927 - 22,5 cm 404P ill
6. TATU (H)
d'industrie moderne des parfums
Paris, Librairie J.B. Baillière et fils 1932 - 20 cm, 176 P ill
7. SIMON (Oscar)
Manuel de laboratoire pour l'industrie des parfums
Paris, Liège Lib Polytech CH. Beranger 1926 - 23,5 cm

- 8- MALEPEYRE (F)
Nouveau manuel complet du fabricant et de l'épurateur des huiles
végétales et animales
Tome 1: Extraction des huiles animales et végétales
Paris, Ency - Roret, 1902 - 14 cm 446 P ill
- 9- CHARABOT (Eugène)
Industrie des parfums naturels - des principes odorants
Paris = Gaston, Doin, [Sd]. - 388 p
- 10- DURVELLE (J.P.)
Fabrication des essences et des parfums - chimie des parfums
3^e ed - Paris, Desforges, Girardot et, Cie 1930 - 25,5 cm, 808 p ill
- 11- MENSIER (Paul. H)
Dictionnaire des huiles végétales
Paris ed Paul Lechevalier 1957 - 25,5 cm, 764 P - Coll - Ency - Biologique.
- 12- ERNEST GUENTHER
The Essential oils
Volume one: History - Origine in plants - Production - Analysis
Ed. ROBERT E. KREIGER 1972
- 13- J VIDAL
Thermodynamique (Méthodes appliquées au raffinage et au Génie chimique)
Tome II - Ed. Technip 1974
- 14- GARNERO (J)
Problèmes rencontrés au cours de l'étude des huiles essentielles
Riv ITAL E.P.P.O.S 60(6) 328-359

